

Vysoká škola báňská - Technická univerzita Ostrava
Univerzitní studijní programy
Institut fyziky

Strukturní a magneto-optické vlastnosti Heuslerových
slitin na bázi Ni

*Structural and magneto-optical properties of Ni-based
Heusler compounds*

Student:
Vedoucí bakalářské práce:

Michaela Tomíčková
Ing. Jaroslav Hamrle, Ph.D.

Bachelor Thesis Assignment

Student: **Michaela Tomíčková**

Study Programme: B3942 Nanotechnology

Study Branch: 3942R001 Nanotechnology

Title: **Strukturní a magneto-optické vlastností Heuslerových slitin na bázi Ni**
Structural and magneto-optical properties of Ni-based Heusler compounds

Description:

Cílem práce je určit strukturní, optické a magneto-optické vlastnosti Heuslerových slitin na bázi Ni, jako např. Ni_2MnSn , NiMnSn , Mn_2NiSn či podobné. Práce zahrnuje výrobu vzorků metodou obloukové tavby a následné určení struktury pomocí XRD. Optická charakterizace vzorků pak zahrnuje vyleštění vzorku, určení jeho drsnosti pomocí AFM a určení optických a magneto-optických spekter pomocí elipsometrie a magneto-optické spektroskopie.

The goal of the thesis is determination of structural, optical and magneto-optical properties of Ni-based Heusler compounds, such as Ni_2MnSn , NiMnSn , Mn_2NiSn or similar. The work includes sample fabrication by arc-melting, and subsequent structural characterization by XRD. Optical and magneto-optical characterization includes sample polishing, determination of surface quality by AFM, and determination of optical and magneto-optical spectra by ellipsometry and magneto-optical spectroscopy.

References:

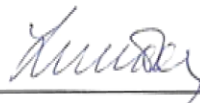
- [1] Simple rules for the understanding of Heusler compounds, T. Graf, C. Felser, S.P. Parkin, Progress in Solid State Chemistry 39, 1 (2011)
- [2] Magneto-optical properties of Heusler compounds from a first-principles approach, S. Picozzi, A. Continenza, A.J. Freeman, J. Phys. D: Appl. Phys. 39, 851 (2006)
- [3] Spintronics: From Materials to Devices, C. Felser, G. Fescher, Springer (2012)
- [4] Search for spin gapless semiconductors: The case of inverse Heusler compounds, S. Skaftouros, K. Özdoğan, E. Şaşıoğlu, I. Galanakis, Appl. Phys. Lett. 102, 022402 (2013)

Extent and terms of a thesis are specified in directions for its elaboration that are opened to the public on the web sites of the faculty.


Supervisor: **Mgr. Jaroslav Hamrle, Ph.D.**

Date of issue: 21.10.2013

Date of submission: 15.05.2014


prof. Dr. RNDr. Jiří Luňáček
Head of Department




prof. Ing. Petr Noskiewicz, CSc.
Vice-rector for Study Affairs

Místopřísežné prohlášení

Prohlašuji, že jsem bakalářskou práci vypracovala samostatně pod vedením vedoucí bakalářské práce a že všechny použité podklady a literární zdroje jsem správně a úplně citovala.

V Ostravě dne 15. 5. 2014

.....
podpis studenta

Prohlášení

- Byla jsem seznámena s tím, že na moji bakalářskou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb. - autorský zákon, zejména § 35 - využití díla v rámci občanských a náboženských obřadů, v rámci školních představení a využití díla školního a § 60 - školní dílo.
- Beru na vědomí, že Vysoká škola báňská - Technická univerzita Ostrava (dále jen VŠB-TUO) má právo nevýdělečně, ke své vnitřní potřebě, bakalářskou práci užít (§ 35 odst. 3).
- Souhlasím s tím, že jeden výtisk bakalářské práce bude uložen v Ústřední knihovně VŠB-TUO k prezenčnímu nahlédnutí a jeden výtisk bude uložen u vedoucího bakalářské práce. Souhlasím s tím, že údaje o bakalářské práci, obsažené v Záznamu o závěrečné práci, umístěném v příloze mé bakalářské práce, budou zveřejněny v informačním systému VŠB-TUO.
- Bylo sjednáno, že s VŠB-TUO, v případě zájmu z její strany, uzavřu licenční smlouvu s oprávněním užít dílo v rozsahu § 12 odst. 4 autorského zákona.
- Bylo sjednáno, že užít své dílo - bakalářskou práci nebo poskytnout licenci k jejímu využití mohu jen se souhlasem VŠB-TUO, která je oprávněna v takovém případě ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, které byly VŠB-TUO na vytvoření díla vynaloženy (až do jejich skutečné výše).
- Místopřísežně prohlašuji, že celou bakalářskou práci jsem vypracovala samostatně a uvedla jsem všechny použité podklady a literaturu.

V Ostravě dne 15. 5. 2014

.....
podpis studenta

Poděkování

V první řadě bych ráda poděkovala svému vedoucímu bakalářské práce panu Mgr. Jaroslavu Hamrlemu, Ph.D. za velice ochotný a laskavý přístup, odborné vedení a cenné rady.

Velice ráda bych také poděkovala panu doc. RNDr. Rastislavu Vargovi Ph.D. a jeho spolupracovníkům z ústavu fyzikálních věd PF UJPŠ Košice za vstřícnou pomoc při přípravě vzorků a zasvěcení do metod přípravy vzorků.

Za změření a zpracování dat z rentgenové difrakční analýzy bych velice ráda poděkovala panu prof. RNDr. Václavu Holému, CSc. z Matematicko-fyzikální fakulty UK v Praze.

Mé poděkování také směřuje panu RNDr. Jaromíru Kopečkovi, Ph.D. z fyzikálního ústavu AV v Praze za cenné rady v oblasti leštění, úpravy vzorků a za analyzování vzorků pomocí skenovacího elektronového mikroskopu.

Panu RNDr. Martinu Veisovi, Ph.D. a jeho kolegovi z matematicko-fyzikální fakulty UK v Praze bych ráda poděkovala za ochotnou pomoc při měření a vyhodnocení magneto-optických i optických dat a zasvěcení do principu měření. Zároveň bych také ráda poděkovala panu doc. Dr. Mgr. Kamilu Postavovi z VŠB-TUO za změření elipsometrických dat a za cenné informace poskytnuté během studia.

V neposlední řadě bych ráda poděkovala panu Olegu Heczkovi, Dr. z fyzikálního ústavu AV v Praze za změření vzorků pomocí magnetometrie a panu doc. Ing. Vlastimilu Matějkovi, Ph.D. z VŠB-TUO za umožnění práce s mikroskopem atomárních sil, zaučení na mikroskopu a poskytnutí cenných rad týkajících se této problematiky.

Abstrakt

Heuslerovy slitiny jsou velice pozoruhodné materiály se zajímavými vlastnostmi. V této práci nás zajímají hlavně magneto-optické vlastnosti těchto látek. Náplní této práce je připravit vzorky Heuslerových slitin na bázi Ni o daném prvkovém složení. V první fázi charakterizovat jejich strukturu, složení připravených vzorků a povrch. Ve druhé fázi budeme zjišťovat jejich optické, magnetické a magneto-optické vlastnosti.

Klíčová slova: Heuslerovy slitiny, skenovací elektronová mikroskopie, rentgenová difrakční analýza, elipsometrie, magneto-optický Kerrův jev

Bibliografická citace:

TOMÍČKOVÁ, Michaela. *Strukturní a magneto-optické vlastnosti Heuslerových slitin na bázi Ni*. Ostrava, 2014. 70 s. Bakalářská práce. Vysoká škola báňská - Technická univerzita Ostrava. Vedoucí práce Ing. Jaroslav Hamrle, Ph.D.

Abstract

Heusler alloys are very remarkable materials with interesting properties. In this work we are interested primarily about magneto-optical properties of these compounds. The aim of this work is to prepare Heusler compounds of Ni-based with exact elemental composition. In the first part, we will characterize structure, composition and surface area of the prepared samples. In a second part, we will examine their optical, magnetic and magneto-optical properties.

Keywords: Heusler compounds, scanning elektron microscopy, X-ray diffraction, ellipsometry, magneto-optical Kerr effect

Reference format:

TOMÍČKOVÁ, Michaela. *Structural and magneto-optical properties of Ni-based Heusler compounds*. Ostrava, 2014. 70 p. Bachelor thesis. VŠB - Technical University of Ostrava. Supervisor Ing. Jaroslav Hamrle, Ph.D.

Obsah

1. Úvod	11
2. Heuslerovy slitiny	12
2.1. Krystalická struktura v Heuslerových slitinách	14
2.2. Magnetismus v Heuslerových slitinách	15
2.3. Magneto-optický jev v Heuslerových slitinách	16
3. Experimentální techniky	17
3.1. Strukturní a povrchové metody	17
3.1.1. Metoda rentgenové difrakční analýzy	17
3.1.1.1. Rentgenové záření	18
3.1.1.2. Rentgenová difrakční analýza	19
3.1.2. Mikroskopie atomárních sil	20
3.1.3. Skenovací elektronová mikroskopie	23
3.1.4. Magnetometrie	26
3.2. Optické a magnetooptické metody	27
3.2.1. Elipsometrie	27
3.2.2. Magneto-optická spektroskopie	28
3.2.3. Vliv drsného povrchu na reflexní magnetooptická měření	31
3.2.3.1. Maxwell - Garnet (MG) přístup	32
3.2.3.2. Lorentz - Lorentz (LL) přístup	33
3.2.3.3. Bruggemanův přístup	34
4. Experimentální část	35
4.1. Příprava slitin	35
4.2. Optická mikroskopie	41
4.3. SEM a EDX měření	44
4.3.1. SEM a EDX - Fe_2NiSn	44
4.3.2. SEM a EDX - Ni_2FeSn	46
4.3.3. SEM a EDX - NiFeSn	47
4.3.4. SEM a EDX - Mn_2NiSn	48
4.3.5. SEM a EDX - Vyhodnocení	49
4.4. XRD měření	49
4.4.1. XRD - Fe_2NiSn	50

4.4.2. XRD - Ni_2FeSn	51
4.4.3. XRD - NiFeSn	53
4.4.4. XRD - Mn_2NiSn	54
4.5. AFM měření	55
4.6. Elipsometrické měření	55
4.7. Magnetometrické měření	58
4.8. Magneto-optická spektroskopie	60
5. Závěr	65
6. Seznam literatury	67

Seznam zkratek

XRD	rentgenová difrakční analýza
NMR	nukleární magnetická rezonance
MO	magneto-optika
AFM	mikroskopie atomárních sil
SEM	skenovací elektronová mikroskopie
TEM	transmisní elektronová mikroskopie
SE	sekundární elektrony
BSE	zpětně odražené elektrony
EDX	energieově disperzní analýza
EDS	energieově disperzní spektrometr
VSM	vibrační magnetometrie
MOKE	magneto-optický Kerrův jev
MG	Maxwell - Garnet
LL	Lorenz - Lorentz
EMA	aproximace pomocí efektivního prostředí
RQ	rychlé zchlazení
AN	žihání
RT	pokojová teplota

1. Úvod

Heuslerovy slitiny jsou velice zajímavé materiály a první byly připraveny už v roce 1903. Převážně se jedná o slitiny složené ze tří prvků, které krystalizují v kubické mřížce, přičemž výsledné vlastnosti připravené slitiny mohou být naprosto odlišné od vlastností jednotlivých prvků, ze kterých byla slitina připravena. Například z nemagnetických materiálů můžeme dostat slitinu magnetickou. Tato skupina materiálů má široké možnosti technických aplikací, a to právě díky svým vlastnostem. Mohou být připraveny slitiny vykazující jev magnetické tvarové paměti, slitiny vykazující gigantický magnetokalorický a barokalorický jev, popřípadě jev obří magnetorezistence. Tato práce byla vypracována v rámci projektu, jehož cílem je připravit Heuslerovy slitiny s maximální magneto-optickou odezvou.

V první části této práce jsou popsány techniky a metody, které jsme použili k charakterizaci a vyhodnocení vzorků. Jsou rozděleny do dvou skupin na metody určené k charakterizaci povrchu, struktury a složení vzorků a na metody, které zkoumají optické, magnetické a magneto-optické vlastnosti vzorků.

Ve druhé části, tedy v experimentální části, je popsána příprava vzorků Fe_2NiSn , Ni_2FeSn , NiFeSn a Mn_2NiSn , včetně popisu zařízení, které k tomu byly použity. Také jsou zde uvedeny veškeré potřebné výsledky z daných metod.

2. Heuslerovy slitiny

Heuslerovy slitiny jsou pozoruhodnou skupinou intermetalických látek. Zahrnují více než 1500 známých sloučenin. Heuslerovy slitiny jsou tedy ternární intermetalika s obecným vzorcem XYZ (často nazývané Half-Heusler, poloviční Heuslerovy slitiny) odpovídající poměrovému složení 1:1:1 nebo s obecným vzorcem X_2YZ (Full-Heusler compounds, plné Heuslerovy slitiny) odpovídající poměru 2:1:1. V těchto slitinách jsou typicky X a Y přechodné kovy a Z je hlavní skupinový prvek.

Poloviční Heuslerovy slitiny můžeme chápat jako materiály skládající se z kovalentní a iontové části. Atomy X a Y mají zřetelný kationový charakter a Z může být považovaný za aniontový protějšek. Názvosloví těchto látek se v literatuře liší. Prvky v názvu můžeme řadit podle abecedy, podle jejich elektronegativity nebo náhodně.

Nejčastěji jsou prvky ve vzorci řazeny podle elektronegativity. Nejelektropozitivnější prvek je na začátku vzorce. Může to být například přechodný kov nebo vzácný prvek. Na konci vzorce je řazen nejvíce elektronegativní prvek. To jsou většinou prvky z druhé poloviny periodické tabulky. Příkladem může být sloučenina LiAlSi, ZrNiSn nebo LuAuSn. Obsazení atomů v krystalové mřížce nemusí být přímo odvozeno z názvu slitiny a je třeba věnovat práci tomu, abychom přiřadili všechny atomové parametry správně a odvodili strukturu slitiny. Někdy se může stát, že prvky nejsou přiřazeny k modelu správně, a to může vést ke špatným předpokladům a výsledkům. [1]

U sloučenin s obecným vzorcem X_2YZ jsou X a Y přechodné kovy a Z je hlavní skupinový prvek. V některých případech může být Y nahrazen prvkem vzácných zemin nebo prvkem kovů alkalických zemin. V názvu se nejčastěji dává na začátek prvek, který je ve sloučenině dvakrát a hlavní skupinový prvek je obvykle na konci. Například slitina Co_2MnSi nebo Fe_2VAl . Výjimečně se vzorce skládají tak, že nejelektropozitivnější prvek je na začátku vzorce, například $LiCu_2Sb$ a YPd_2Sb . [2]

Jak je vidět na obrázku 1, můžeme připravit celou řadu Heuslerových slitin s rozdílným složením, a tedy i s rozdílnými vlastnostmi.

<div><div>X₂</div><div>YZ</div></div> Heusler compounds																		He
H 2.20												B 2.04	C 2.55	N 3.04	O 3.44	F 3.98	Ne	
Li 0.98	Be 1.57												Al 1.61	Si 1.90	P 2.19	S 2.58	Cl 3.16	Ar
Na 0.93	Mg 1.31												Ga 1.81	Ge 2.01	As 2.18	Se 2.55	Br 2.96	Kr 3.00
K 0.82	Ca 1.00	Sc 1.36	Ti 1.54	V 1.63	Cr 1.66	Mn 1.55	Fe 1.83	Co 1.88	Ni 1.91	Cu 1.90	Zn 1.65	In 1.78	Sn 1.96	Sb 2.05	Te 2.10	I 2.66	Xe 2.60	
Rb 0.82	Sr 0.95	Y 1.22	Zr 1.33	Nb 1.60	Mo 2.16	Tc 1.90	Ru 2.20	Rh 2.28	Pd 2.20	Ag 1.93	Cd 1.69	Pb 1.80	Bi 1.90	Po 2.00	At 2.20	Rn		
Cs 0.79	Ba 0.89		Hf 1.30	Ta 1.50	W 1.70	Re 1.90	Os 2.20	Ir 2.20	Pt 2.20	Au 2.40	Hg 1.90	Tl 1.80	Pb 1.80	Bi 1.90	Po 2.00	At 2.20	Rn	
Fr 0.70	Ra 0.90																	
		La 1.10	Ce 1.12	Pr 1.13	Nd 1.14	Pm 1.13	Sm 1.17	Eu 1.20	Gd 1.20	Tb 1.10	Dy 1.22	Ho 1.23	Er 1.24	Tm 1.25	Yb 1.10	Lu 1.27		
		Ac 1.10	Th 1.30	Pa 1.50	U 1.70	Np 1.30	Pu 1.28	Am 1.13	Cm 1.28	Bk 1.30	Cf 1.30	Es 1.30	Fm 1.30	Md 1.30	No 1.30	Lr 1.30		

Obr. 1: Periodická tabulka s vyznačenými prvky typickými pro Heuslerovy slitiny. [2]

Tato skupina materiálů byla objevena v roce 1903 Friedrichem Heuslerem. Jejich specifickou vlastností je to, že se skládají ze tří elementů, které krystalizují v kubické mřížce. Dále platí, jako u všech slitin, že vlastnosti výsledné slitiny jsou odlišné od vlastností jednotlivých prvků, ze kterých se sloučenina skládá. Například slitina Cu_2MnAl je magnetická, ačkoli ani jeden z prvků, tedy Cu, Mn ani Al, samy o sobě magnetické nejsou. Dalším příkladem je slitina TiNiSn , která je polovodič, přestože je složená z prvků, které tuto vlastnost nevykazují.

Heuslerovy slitiny mají využití v řadě aplikací díky jejich „laditelné“ elektronické struktuře, která utváří jejich vhodné vlastnosti. Můžeme připravit polokovové feromagnety, antiferomagnety, polovodiče i supravodiče. Slitiny mají velké uplatnění ve spintronice a v posledních pár letech byla objevena nová oblast aplikací zahrnující technologie jako termoelektrické a solární články. Všechny tyto vlastnosti a mnoho dalších otevírají dveře technologiím budoucnosti s nepředstavitelnými možnostmi pro využití Heuslerových slitin. [1]

2.1. Krystalická struktura Heuslerových slitin

Heuslerovy slitiny spadají do skupiny intermetalických látek, protože popis intermetalik je velice vhodný pro popis Heuslerových slitin, a to právě díky jejich charakteristickému atomovému uspořádání. Dnes je skupina Heuslerových slitin dobře prostudovaná u známých sloučenin a neustále se objevují a zkoumají další slitiny.

Jak již bylo řečeno, v roce 1903 byla Friedrichem Heuslerem objevena sloučenina Cu_2MnAl , která byla feromagnetická, ačkoli žádný prvek z této sloučeniny sám o sobě feromagnetický nebyl. Nicméně, trvalo tři desetiletí, než se zjistilo, že se jedná o centrovanou kubickou krystalovou mřížku. Dnes je dobře známo, že vlastnosti Heuslerových slitin závisí silně na jejich atomovém uspořádání a elektronové struktuře.

Obvykle poloviční Heuslerovy slitiny s osmi nebo osmnácti valenčními elektrony jsou polovodiče a klasické (plné) Heuslerovy slitiny s dvaceti sedmi valenčními elektrony, které jsou nemagnetické, jsou supravodiče.

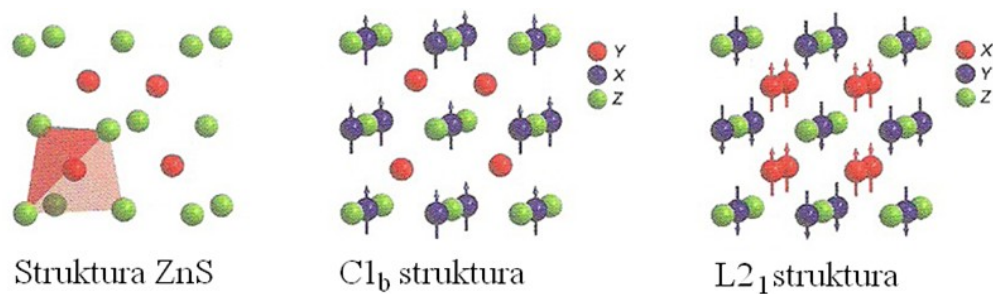
Výpočty a experimenty ukázaly, že již malé množství nečistot ve struktuře může způsobit změny v elektronové struktuře slitiny, a tím i změny ve výsledných vlastnostech (magnetických i transportních).

Proto důkladné porozumění a pečlivá analýza jejich krystalové struktury je nezbytná k pochopení závislosti mezi strukturou a výslednými vlastnostmi Heuslerových slitin.

Obrázek 2 znázorňuje nejdůležitější krystalové struktury Heuslerových slitin. Struktura sfaleritu (ZnS) staví základy pro porozumění Heuslerových slitin. Jinak řečeno, jakákoli Heuslerova slitina může být rozložena až na ZnS -typovou substrukturu. Díky kovalentnímu charakteru vazebných interakcí je tato mřížka často složena z prvků s malými rozdíly v elektronegativitě. [1]

Rozlišujeme dva základní typy Heuslerových slitin. Ternární slitiny s obecným vzorcem XYZ se strukturou C1_b a slitiny s obecným vzorcem X_2YZ se strukturou L2_1 (obr. 2). Heuslerovy slitiny jsou složeny ze čtyř prostupujících se plošně centrovaných kubických mřížek a poloviční Heuslerovy slitiny jsou složeny ze tří prostupujících se plošně centrovaných kubických mřížek. V případě X_2YZ slitin jsou všechny pozice plně

obsazeny atomy, zatímco u struktury typu XYZ jeden atom v mřížce chybí. Typickým představitelem polovičních Heuslerových slitin je slitina MgAgAs, která krystalizuje v rovině $F\bar{4}3m$ (216). Pro klasické Heuslerovy slitiny s obecným vzorcem X_2YZ je typická slitina Cu_2MnAl , která krystalizuje v rovině $Fm\bar{3}m$ (225). [1,2]



Obr. 2: Struktura Cl_b – poloviční Heuslerovy slitiny, $L2_1$ – Heuslerovy slitiny. [1]

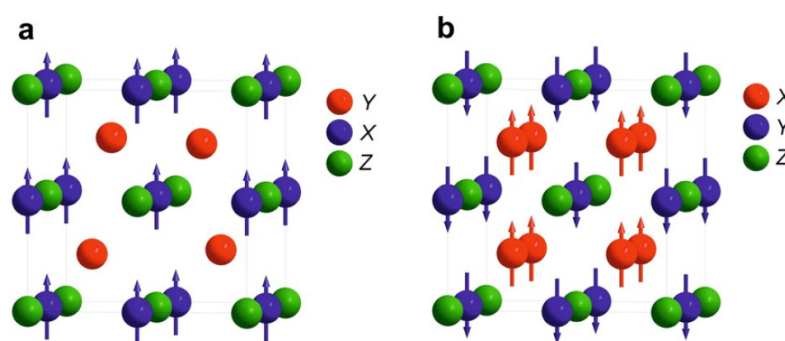
Jak již bylo řečeno, atomová neuspořádanost, poruchy nebo výskyt nečistot, mohou mít silný dopad na elektronovou strukturu a na vlastnosti slitin. Proto je důležité dobře určit strukturu dané slitiny. Samozřejmě toto určení není triviální a zahrnuje použití řady metod, pomocí kterých se dá analyzovat struktura. Někdy samotná rentgenová difrakční analýza (XRD) nestačí k úplnému objasnění atomového uspořádání. K detekování malého množství nečistot, poruch může pomoci i metoda anomální XRD, Moßbauerova spektroskopie, metoda založená na rentgenové absorpci (extended X-ray absorption fine structure, XAFS), metoda nukleární magnetické rezonance (NMR, nuclear magnetic resonance) a mnoho dalších. V našem případě použijeme metodu XRD, která dostačuje pro určení typu struktury a krystalografického uspořádání.

2.2. Magnetismus v Heuslerových slitinách

První objevená feromagnetická slitina, která vzbudila zájem o Heuslerovy slitiny, byla již zmíněná slitina Cu_2MnAl . Další objevené feromagnetické polokovové slitiny byly $MnNiSb$ a Co_2MnSn . Materiály typu XYZ vykazují pouze jednu magnetickou mřížku a tedy pouze atomy v osmi vrcholech mřížky mohou nést magnetický moment.

U sloučenin typu X_2YZ je rozložení magnetických momentů jiné, protože atomy X zabírají tetrahedrální síť, která umožňuje magnetickou interakci mezi těmito atomy a vytvoření druhé více delokalizované magnetické mřížky (Obr. 3). [2]

Díky těmto rozdílným magnetickým mřížkám, mohou slitiny typu X_2YZ vykazovat všechny magnetické jevy jako například feromagnetismus, feromagnetismus u polokovů nebo ferimagnetismus.



Obr. 3: Znázornění magnetických momentů ve slitině typu a) XYZ a b) X_2YZ . [2]

2.3. Magneto-optický jev v Heuslerových slitinách

Jedním z mnoha využití Heuslerových sloučenin zahrnuje jejich magneto-optickou (MO) odezvu. Magneto-optické efekty zahrnují různé změny polarizačních stavů. K těmto efektům dochází, jestliže světlo interaguje s materiálem, který vykazuje magnetický moment. Může dojít ke stáčení roviny lineárně polarizovaného světla, k rotaci (Faraday, Kerr) a k rozdílu absorpce levotočivého a pravotočivého světla.

Obří magneto-optický Kerrův jev byl objeven na poloviční Heuslerově slitině MnPtSb, která se pak ukázala jako velice vhodný materiál pro záznamové a čtecí zařízení. Další objevená slitina vykazující tento jev, jen o něco menší, byla slitina MnNiSb.

Bylo vytvořeno několik teoretických modelů vysvětlující změnu velikosti Kerrova jevu. Jeden byl založen na možném úbytku polokovového charakteru díky spin-orbitální interakci. Další modely byly založeny na rozdílech v semi-relativistických efektech mezi MnNiSb a MnPtSb nebo byly rozšířeny o MO Kerrova spektra blízko plazmatické

rezonance. Ačkoli tyto modely obsahovaly zajímavé fyzikální mechanismy, jednou ze zbývajících otázek bylo vysvětlení naměřených rozdílů MO spekter. [2]

Vzhledem k rychlému vývoji modelů MO spekter bylo možné brzy srovnat výsledky z experimentů s výpočty. Antonov a spol. vysvětlili Kerrova spektra pomocí jejich elektronové struktury. Nalezli anomálie v Kerrových spektrech MnNiSb a MnPtSb, vyvstávající ze vzájemného ovlivnění vlivem rozdílu ve spin-orbitálních interakcích a také v relativních polohách pásů energie.

Tento jev se nevyskytuje pouze u polovičních Heuslerových slitin, ale i u klasických Heuslerových slitin. Příkladem můžou být slitiny typu X_2YAl a X_2YGa , které vykazují značnou polární Kerrovu rotaci (Co_2FeAl a Co_2FeGa).

Navíc byly zkoumány magneto-optické vlastnosti v závislosti na strukturních poruchách a nečistotách. Kumar a spol. našli optické přechody v Co_2FeX Kerrově spektru, které jsou řízeny absorpční částí optické vodivosti. Hlavní pík byl vysvětlen pomocí frekvenčně závislé absorpční části elementu tenzoru optické vodivosti. Pozorování píků MO spektra při vysokých energiích je velice nadějně a užitečné v technologických aplikacích pro zvýšení hustoty MO záznamu. [2]

3. Experimentální techniky

V následujících kapitolách jsou popsány techniky a metody, které budou použity na vyhodnocení vzorků. Jedná se o metody k charakterizování povrchu vzorku, jeho složení, optických, magnetických i magneto-optických vlastností.

3.1. Strukturní a povrchové metody

3.1.1. Metoda rentgenové difrakční analýzy

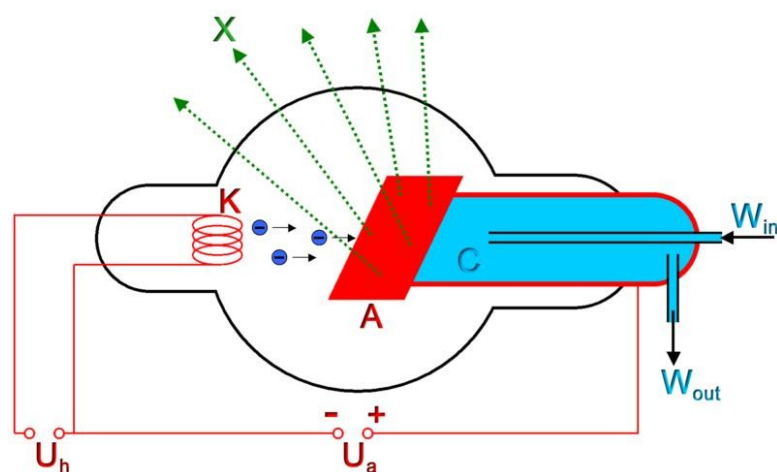
V této kapitole je nejdříve popsáno rentgenové záření, pro lepší pochopení techniky a následně je popsán princip metody difrakční analýzy.

3.1.1.1. Rentgenové záření

Rentgenové záření je elektromagnetické vlnění s velmi krátkou vlnovou délkou (10 nm až 1 pm), která je více než tisíckrát kratší než vlnová délka viditelného světla. Záření objevil v roce 1895 německý fyzik Wilhelm Conrad Röntgen při studiu výbojů v plynech. Zjistil, že při dopadu záření na kovovou anodu vzniká záření. Röntgen provedl řadu pokusů, jimiž zjistil vlastnosti tohoto neznámého záření, tehdy nazvaného „paprsky X° “. Například emulze fotografické desky zabalené do černého papíru umístěného v blízkosti výbojové trubice po vyvolání zčernala. Nestalo se tak, když na desku položil kovový předmět. Tímto způsobem Röntgen vytvořil první rentgenový snímek ruky. Za své objevy obdržel v roce 1901 první Nobelovu cenu za fyziku. [5]

Zdrojem rentgenového záření je obvykle rentgenka. Jedná se o skleněnou trubici s katodou a anodou, ve které je hluboké vakuum. Hluboké vakuum je udržováno, aby nedocházelo k ionizaci plynu a ke zpomalení elektronového svazku. Mezi elektrodami je udržován vysoký potenciálový rozdíl (několik desítek až stovek kV), jímž jsou elektrony emitované katodou urychlovány. Katoda je tvořena žhaveným wolframovým vláknem, ze kterého vylétají elektrony. Ty jsou usměrňovány Wehneltovým válcem do jednoho bodu na anodě. Při dopadu elektronů se jejich větší část kinetické energie přemění na teplo (98 %) a jen nepatrná část se přemění na energii fotonů rentgenového záření vystupujícího z anody (2 %). Rentgenové záření vystupuje z rentgenky beryliovými okénky. Anoda musí být intenzivně chlazena. Intenzita (množství) rentgenového záření závisí na počtu elektronů dopadajících na anodu a reguluje se změnou proudu, kterým se žhaví vlákno katody. [4]

Pro zvýšení intenzity záření se používají rentgenky s rotující anodou. Hlavní požadavky rentgenky jsou maximální, ale přitom konstantní intenzita záření, malé rozměry a rovnoměrný jas ohniska. [9]



Obr. 4: Schéma rentgenky chlazené vodou. [6]

Z anody vystupuje rentgenové záření dvojího druhu, a to brzdné záření a charakteristické záření. U brzdného záření se rychle letící elektrony dopadem na anodu rychle zbrzdí a jejich kinetická energie se přemění na energii fotonů elektromagnetického záření. Toto záření obsahuje fotony všech vlnových délek, a proto je spektrum brzdného záření spojité.

U charakteristického záření může elektron dopadající na anodu vyrazit některý elektron z energetických hladin K nebo L atomu materiálu anody. Tím vzniká neobsazené místo, které je okamžitě obsazeno jiným elektronem z vyšší energetické hladiny, přičemž se vyzáří foton rentgenového záření s energií, která je rovna rozdílu energetických hladin. Proto má charakteristické záření čárové spektrum. [3,4]

3.1.1.2. Rentgenová difrakční analýza

Je to v současné době hlavní přímá metoda pro zjišťování prostorové stavby látek v pevném stavu ve formě monokrystalů. Je často označována zkratkou XRD z ang. X-ray diffraction. Tato metoda je založená na interakci rentgenového záření s elektrony atomů spočívající v pružném rozptylu. Díky pravidelnému periodickému uspořádání atomů v krystalické fázi dochází po rozptylu a následné interferenci rentgenového záření ke vzniku difrakčních maxim, jejichž poloha, intenzita a tvar závisí na druhu atomů a dokonalosti jejich uspořádání v 3D prostoru. Studium tohoto difrakčního obrazce pak umožňuje zpětně studovat krystalické složení vzorku a jeho mikrostrukturu. Přístroj

umožňuje kvalitativní i kvantitativní studium fázového složení a stanovení obsahu krystalické a amorfni fáze. [7,8]

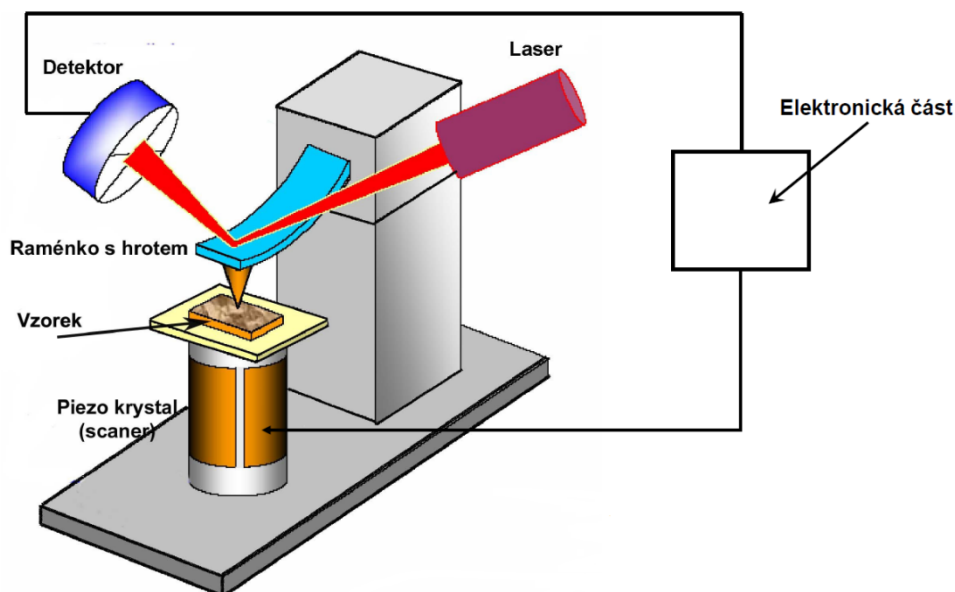
Díky velice krátké vlnové délce rentgenového záření, která je řádově shodná s meziatomovými vzdálenostmi v krystalech, může docházet k difrakci tohoto záření na krystalických látkách. Intenzita difraktovaného záření je nepřímo úměrná hmotnosti částic. Proto dochází k difrakci hlavně na elektronech. Vlna primárního záření dopadne na atomy krystalu a rozkmitá všechny elektrony se stejnou frekvencí, jakou má ona sama. Atomová jádra jsou těžší, a proto zůstanou v klidu. Rozkmitané elektrony se stávají zdrojem nového záření, které má stejnou frekvenci, jako záření primární. Vlny vysílané elektrony, které jsou vůči sobě vzájemně posunuty, spolu interferují. Výsledkem tohoto procesu, který se nazývá difrakce, je soubor difraktovaných vln, které vytváří difrakční obrazec. Na základě tohoto obrazce můžeme určit například meziatomové vzdálenosti a rozložení atomů v krystalu. [9]

3.1.2. Mikroskopie atomárních sil

Mikroskopie atomárních sil (z ang. Atomic Force Microscopy, AFM) využívá silového působení mezi atomy. Tato metoda nevyžaduje vodivý vzorek.

Konstrukčně rozlišujeme dva typy mikroskopů a to podle toho, zda při skenování posouváme vzorkem nebo měřicí sondou. Pod pojmem měřicí sonda rozumíme raménko s hrotem upevněné k základně.

Pro naše měření byl využit mikroskop s možností pohybu vzorkem. Konstrukce mikroskopu s pohyblivým vzorkem je znázorněna na obrázku 5. Pohyb vzorku je zde umožněn piezokrystalem.

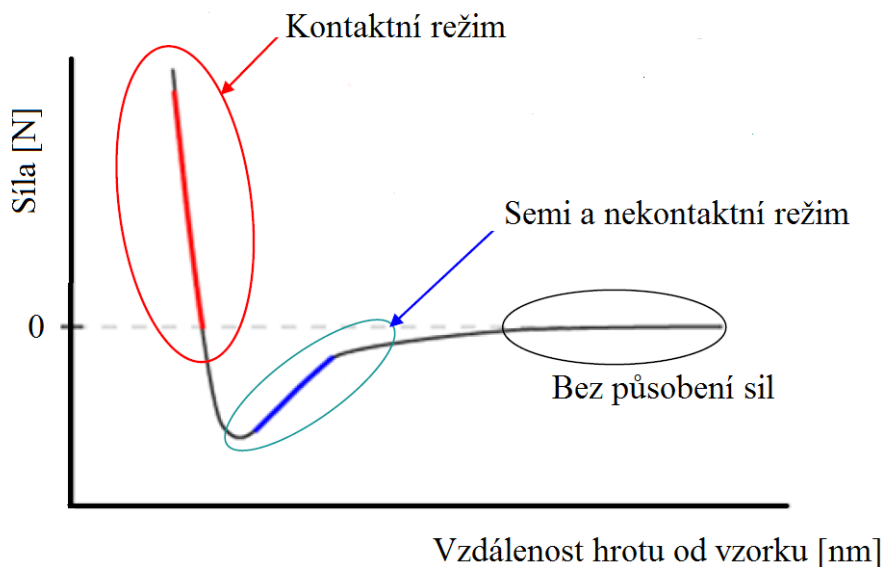


Obr. 5: Konstrukce mikroskopu s piezokrystalem pro pohyb vzorku. [12]

Princip měření je jednoduchý. Nejdřív se laser odráží od raménka s hrotem nasměruje tak, aby mířil do středu detektoru. Dojde k přistání raménka s hrotem na vzorku a raménko se vlivem působících sil mezi hrotem a vzorkem ohne. Toto ohnutí je detekováno právě pomocí laseru, který se vychýlí ze středu detektoru. Při pohybu hrotu po vzorku působí různě velké síly mezi hrotem a vzorkem. To se projeví na míře ohnutí raménka. Vychýlení je pak zpracováno a převedeno na obraz. Tím získáme informace o povrchu vzorku.

Podle volby módu, ve kterém chceme měřit, se princip měření mírně liší. U kontaktního režimu rozlišujeme měření s konstantní výškou a s konstantní silou. U režimu s konstantní výškou se udržuje určitá hodnota vzdálenosti základny, na které je upevněno raménko s hrotem, od vzorku a sleduje se ohnutí raménka. Režim s konstantní silou udržuje konstantní ohnutí raménka, a aby se toho docílilo, musí se pohybovat vzorkem (popřípadě měřící sondou). K udržení stálé hodnoty působení mezi hrotem a vzorkem je potřeba mít zapnutou zápornou zpětnou vazbu.

U nekontaktního a semikontaktního režimu je udržována stálá hodnota amplitudy raménka, které vibruje. Opět je využita zpětná vazba.



Obr. 6: Znárodnění působení sil mezi atomy v závislosti na jejich vzdálenosti. [12]

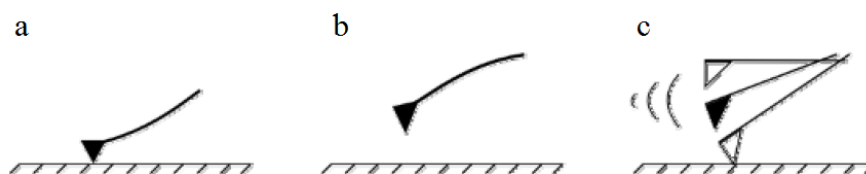
Můžeme tedy pracovat ve třech základních režimech, kontaktní, nekontaktní nebo semikontaktní (poklepový) režim.

Kontaktní režim využívá vzájemných odpudivých sil atomů. V tomto režimu je hrot v přímém kontaktu se vzorkem, přičemž se může měřit s konstantní výškou základny raménka nebo s konstantní vzdáleností hrotu od vzorku. Hrot je vtlačován do vzorku a dochází k ohnutí raménka. Ohnutí raménka se detekuje pomocí laseru, a tím se vyhodnocuje povrch zkoumaného vzorku. Vzdálenost hrotu od povrchu vzorku je menší než několik desetin nm. Při kontaktním měření může dojít k poškození vzorku nebo jeho deformaci. Popřípadě může dojít k poškození nebo ke kontaminaci hrotu. Aby k tomu nedošlo, popřípadě abychom minimalizovali poškození, musíme použít raménko s malou konstantou tuhosti. [10]

Semikontaktní režim pracuje na podobném principu jako režim bezkontaktní. Dojde k rozkmitání raménka na jeho rezonanční frekvenci (raménko kmitá s odpovídající amplitudou). Po přistání měřicí sondy (raménka s hrotem) na povrchu vzorku, se amplituda, se kterou raménko kmitá, sníží na předem zadanou hodnotu (většinou polovina „rezonanční“ amplitudy). Skenování povrchu probíhá tak, že se pomocí zpětné vazby udržuje zadaná hodnota amplitudy a v našem případě, je to možné díky tomu, že se při změnách amplitudy pohybuje piezokrystal se vzorkem tak, abychom zase dostali požadovanou hodnotu amplitudy. Detekují se tedy změny amplitudy kmitů raménka při

přibližování nebo vzdalování povrchu vzorku od hrotu. Přesnost měření pak závisí na parametrech zpětné vazby a při všech měření můžeme sledovat odpovídající chybový signál. U dokonale hladkých povrchů by byl chybový signál nulový. Při tomto režimu působí přitažlivé i odpuzivé interakce. [11, 10]

Nekontaktní režim využívá přitažlivých sil mezi atomy. Nosník pro nekontaktní a semikontaktní měření musí být tužší (větší konstanta tuhosti) než nosník pro kontaktní měření, aby nedošlo k zachycení raménka na povrchu vzorku.



Obr. 7: a) Kontaktní režim – působení odpuzivých sil, b) bezkontaktní režim – působení přitažlivých sil, c) semikontaktní režim – střídavé působení přitažlivých a odpuzivých sil. [11]

V našem případě jsme použili AFM k tomu, abychom zjistili morfologii povrchu a jeho drsnost. Kdybychom totiž neznali drsnost povrchu vzorku, nemohli bychom správně vyhodnotit data z elipsometrického měření.

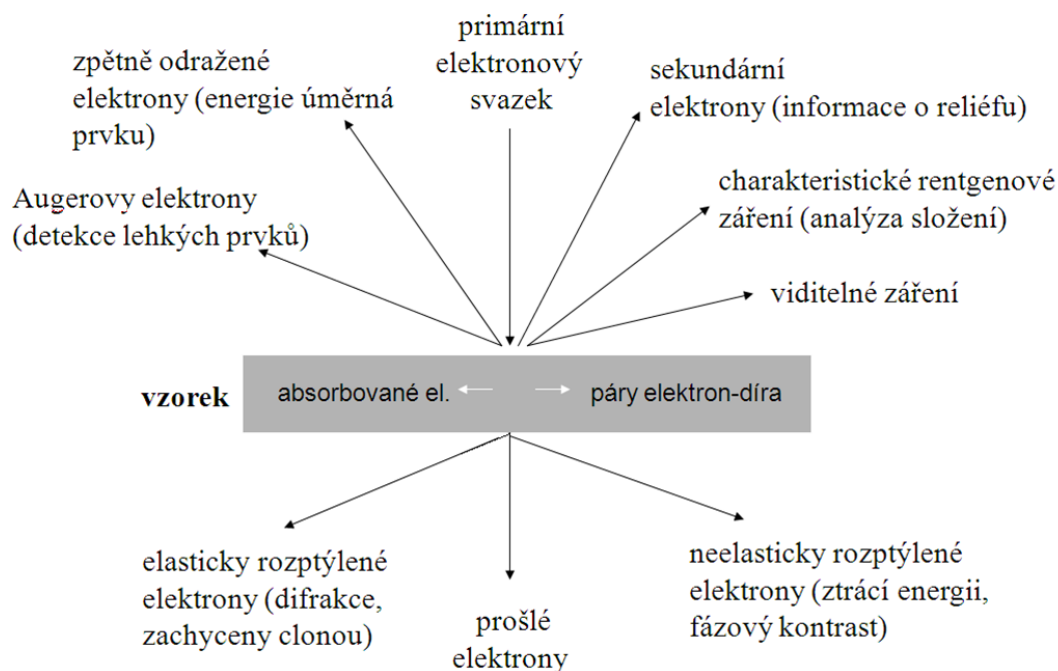
3.1.3. Elektronová mikroskopie

Elektronová mikroskopie je podobná optické mikroskopii. Liší se v tom, že nepoužívá viditelné světlo, ale elektronový svazek a optické skleněné čočky jsou nahrazeny elektromagnetickými čočkami. Rozlišení optického mikroskopu je omezeno vlnovou délkou použitého světla. Elektrony mají menší vlnovou délku a tedy rozlišení elektronového mikroskopu je mnohem větší než u optického mikroskopu. I zde je však vysoké rozlišení omezeno a je dáno kvalitou elektromagnetické optiky.

Zvětšení u optického mikroskopu se pohybuje v rozmezí 50 – 1000 krát, zatímco u elektronového mikroskopu můžeme dosáhnout zvětšení až 1 000 000 krát. S tím souvisí rozlišovací schopnost. Je to nejmenší vzdálenost dvou bodů, kterou jsme schopni ještě rozlišit, a patří mezi základní parametry mikroskopů. Lidské oko je schopno rozlišit dva body na vzdálenost desetin milimetrů, světelný mikroskop stovky nanometrů, skenovací

elektronový mikroskop jednotky nanometrů a transmisní elektronový mikroskop desetiny nanometrů. [14, 17]

Elektrony v mikroskopu jsou usměrňovány pomocí elektromagnetických čoček, podobně jako světelný paprsek pomocí čoček skleněných. Takto usměrněný paprsek dopadá na vzorek a interaguje s ním (viz. Obr. 8). [15]



Obr. 8: Interakce záření se vzorkem. [19]

Elektromagnetické čočky představují cívky, kterými protéká proud. Jsou uzavřeny v železném plášti, který je ve středním otvoru čočky přerušen nemagnetickým materiálem. V tomto místě jsou umístěny pólové nástavce a magnetický obvod se uzavírá. Magnetické pole je velmi silné a nehomogenní. Budícím proudem můžeme ovlivnit intenzitu magnetického pole a tím můžeme změnit ohniskovou vzdálenost čočky. Platí, že ohnisková vzdálenost čočky je tím kratší, čím větší je její budící proud. U elektromagnetických čoček se pozorují podobné vady jako u čoček skleněných. Je to například astigmatismus, otvorová vada nebo chromatická vada.[19]

Zdrojem elektronů může být termoemisní elektronová tryska. Principem je, že se mezi anodu a katodu vkládá urychlovací napětí, které vyvolá emisi elektronů z katody. Katodu tvoří wolframový drátek o průměru zhruba 0,1 mm. Urychlovací napětí pro skenovací elektronový mikroskop se pohybuje v rozmezí 10 až 30 kV. Pro transmisní

elektronový mikroskop je urychlovací napětí 80 až 400 kV. Životnost této trysky je řádově desítky hodin a je potřeba vakuum o hodnotě 10^{-2} až 10^{-3} Pa. [19]

Zdrojem elektronů může být také krystal LaB_6 . Krystal je ve formě 1 mm tyčinky zbroušené do hrotu o průměru 10 μm . Tento zdroj má vyšší životnost, až 2000 hodin. Je potřeba vakuum o hodnotě 10^{-4} Pa.

U autoemisní katody je wolframový drát ztenčený leptáním na průměr 0,1 až 0,01 μm . Jedná se o autoemisi za studena účinkem velmi vysokého gradientu elektrického pole. Hodnota vakua musí být 10^{-7} až 10^{-8} . [16, 19]

Rozlišujeme dva typy elektronové mikroskopie. Je to mikroskopie skenovací (rastrovací) a transmisní. Skenovací mikroskopie (SEM, scanning electron microscopy) využívá odrazu elektronů od vzorku a transmisní mikroskopie (TEM, transmission electron microscopy) vyhodnocuje prošlé elektronové záření. Pro naše měření, tedy studium povrchu a složení vzorků, jsme využili skenovací elektronové mikroskopie.

U skenovací elektronové mikroskopie nás tedy zajímá odražené záření. Jedná se o sekundární elektrony, zpětně odražené elektrony, Augerovy elektrony a také charakteristické rentgenové záření.

Informace o povrchu vzorku nesou sekundární elektrony, zpětně odražené elektrony i Augerovy elektrony. Složení vzorku můžeme zjistit z charakteristického rentgenového záření nebo ze zpětně odražených elektronů. [17]

Sekundární elektrony (SE, Secondary electrons) představují nepružné srážky elektronů s vnějšími elektrony elektronového obalu atomů. Touto srážkou ztrácí elektron energii. Část energie se přemění na teplo a část se spotřebuje na vytržení vázaných elektronů z atomu. Tyto elektrony mají mnohem menší energii než elektrony dopadající. Režim detekce sekundárních elektronů poskytuje obraz o povrchové morfologii s vysokým rozlišením. [15, 19]

Zpětně odražené elektrony (BSE, Backscattered electrons) poskytují kontrastní obraz, který se vytváří v závislosti na elementárním složení vzorku. Ze zpětně odražených elektronů získáváme informace o složení, i o povrchu vzorku. BSE elektrony dostáváme elastickou interakcí mezi povrchem vzorku a elektronovým svazkem. Jsou vysoce energetické a pronikají hlouběji do elektronového obalu atomu

než elektrony sekundární. Elektrony z elektronového svazku se tedy odrážejí od elektronů atomového obalu a energie odraženého elektronu je úměrná atomovému číslu prvku, od kterého se odrazil. [15, 18, 19]

Informaci o složení vzorku můžeme získat i z charakteristického rentgenového záření. Dojde-li k vyražení elektronu z některé z vnitřních slupek elektronového obalu, vznikne vakance a elektron z vyšší energetické hladiny okamžitě přeskočí do příslušné nižší energetické hladiny (namísto vakance). Při tomto přeskoku se přebytečná energie elektronu vyzáří ve formě rentgenového fotonu. Vyzářená energie se rovná rozdílu těchto dvou energetických hladin a je charakteristická pro každý atom.

Augerovy elektrony nesou informaci o chemickém složení. Jsou vhodné pro analýzu lehkých prvků. Augerovy elektrony odpovídají nezářivému přechodu elektronů z vnějších slupek atomového obalu. Dojde-li k vyražení elektronu jiným elektronem, vznikne na místě vyraženého elektronu vakance. Na toto místo přejde elektron z vyšší energetické hladiny za současného uvolnění energie, která se spotřebuje na uvolnění dalšího elektronu. Takto uvolněné elektrony se nazývají Augerovy elektrony.

U skenovacího elektronového mikroskopu je nutné, aby byl měřený vzorek vodivý, neobsahoval vodu a těkavé látky. Před měřením musíme nejdříve vytvořit vakuum.

Často se k elektronovým mikroskopům přidává energiově disperzní spektrometr (EDS – Energy Dispersive X-ray Spectrometry), pomocí kterého je umožněna chemická analýza vzorku (EDX – Energy Dispersive X-ray Analysis). Toto zařízení detekuje charakteristické rentgenové záření. My jsme tuto metodu použili k určení atomového a hmotnostního složení našich vzorků.

3.1.4. Magnetometrie

Metoda VSM (Vibrating Sample Magnetometry) je založena na tom, že oscilující vzorek v magnetickém poli generuje v cívkě střídavé napětí. Toto napětí přímo souvisí s magnetickým momentem vzorku. Pomocí metody VSM jsme schopni změřit magnetický moment o velikosti $5 \cdot 10^{-8} \text{ A/m}^2$ ($5 \cdot 10^{-5} \text{ emu}$) s přesností lepší než 2%. Pomocí vibračního magnetometru jsme zjistili saturační hodnoty našich vzorků a jejich chování ve vnějším magnetickém poli. [20, 21]

3.2. Optické a magneto-optické metody

3.2.1. Elipsometrie

Elipsometrie je optická měřicí technika, která vyhodnocuje odraz světla od vzorku. Klíčovou vlastností elipsometrie je to, že měří změnu polarizace světla po odrazu od vzorku. Při pojmenovávání této metody se vyšlo z faktu, že polarizované světlo je obecně eliptické po odrazu světla. Elipsometrická měření jsou většinou vyjádřena pomocí úhlů Ψ a Δ . Úhel Ψ představuje poměr amplitud odraženého s - a p -polarizovaného světla a Δ je fázový rozdíl mezi odraženou s - a p -polarizovanou vlnou. Ve spektroskopické elipsometrii se tyto hodnoty měří v závislosti na vlnové délce.

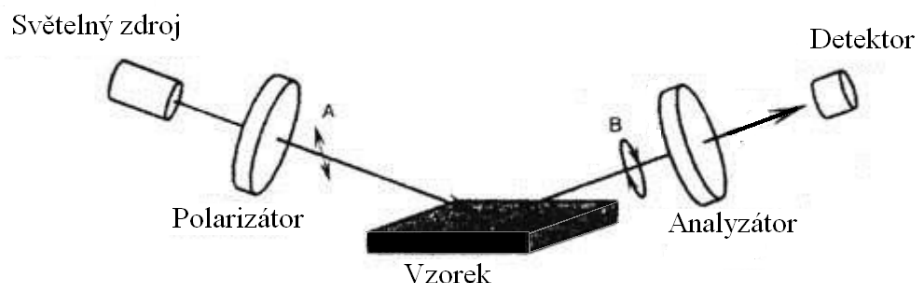
Měří se v rozšíření viditelné oblasti, tj. od blízké infračervené do blízké ultrafialové oblasti.

Použití spektroskopické elipsometrie je široké. Můžeme pomocí ní charakterizovat růst tenkých vrstev, leptání či termální oxidaci. Spektroskopická elipsometrie umožňuje charakterizovat tenké vrstvy i jiné vzorky. Umožňuje určit jejich optické konstanty, jako je index lomu nebo umožňuje určit například tloušťku vrstvy. Tato metoda má však i svoje omezení. Jedno z omezení se týká drsnosti měřeného povrchu. Tento problém bude podrobněji probrán v kapitole týkající se vlivu drsnosti povrchu na reflexní optická měření. Druhé omezení vychází z faktu, že měření musí probíhat pod šikmým úhlem. Když se světlo odrazí od nerovného povrchu, dojde k jeho rozptylu a detekuje se světlo s menší intenzitou, než mělo světlo dopadající. Převyšuje-li hodnota nerovností povrchu 30% hodnoty použité vlnové délky, chyba měření rychle roste. [23]

Úhel dopadu je vybrán tak, aby citlivost měření byla co největší. Pro polovodiče je typický úhel dopadu mezi 70 - 80°. Při kolmém dopadu nejsou elipsometrická měření možná, protože s - a p -polarizaci by již nebylo možné rozlišit. Jediná výjimka je při charakterizaci rovinné optické anizotropie. V tomto případě je elipsometrické měření často prováděno při kolmém dopadu s rotujícím vzorkem, k určení optických anizotropií.

Jednou z pozoruhodných vlastností elipsometrie je vysoká přesnost měření a citlivost na tloušťku vrstev, která se pohybuje až kolem hodnoty $0,1 \text{ Å}$. Navíc je měření poměrně snadné, rychlé a patří mezi nedestruktivní metody. [23]

Podstata elipsometrického měření tedy spočívá v pozorování změny stavu polarizace světla po dopadu na povrch vzorku. Polarizované světlo se po odrazu od povrchu přemění na elipticky polarizované světlo. Měří se většinou pod více úhly dopadu v rozmezí 0° až 90° a sledují se rozdíly v s - a p - polarizované odražené vlně. Rozdíl mezi s - a p - polarizovanou vlnou právě utváří elipsu, tedy výsledné eliptické světlo. Na obrázku 9 jsou znázorněny základní komponenty elipsometru. [24]



Obr. 9: Schematické uspořádání elipsometru. [22]

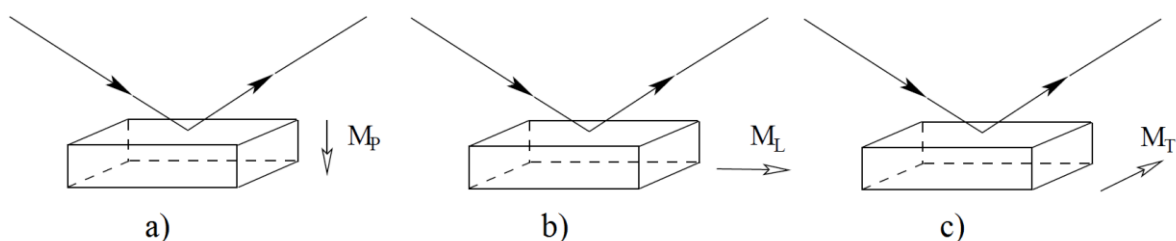
3.2.2. Magneto-optická spektroskopie

Jednou z významných optických metod při studiu feromagnetických a ferimagnetických látek je metoda, založená na magneto-optickém Kerrově jevu (MOKE, Magneto-optical Kerr effect). Tato metoda pracuje s odrazem lineárně polarizovaného světla od povrchu vzorku, vloženého do magnetického pole. Při odrazu dochází kromě změny polarizace (na eliptickou) a snížení intenzity odraženého svazku, také ke stočení hlavní poloosy, vůči původnímu směru, o úhel Kerovy rotace. Úhel Kerovy rotace, stejně jako elipticita, je závislý na velikosti a orientaci vektoru magnetizace materiálu. [25]

Poprvé byl tento jev pozorován Michaelem Faradayem, kdy působení magnetického pole na skleněný vzorek stáčelo rovinu polarizace procházejícího záření. Tehdy zkoumal i odraz světla od povrchu kovových materiálů vložených do magnetického

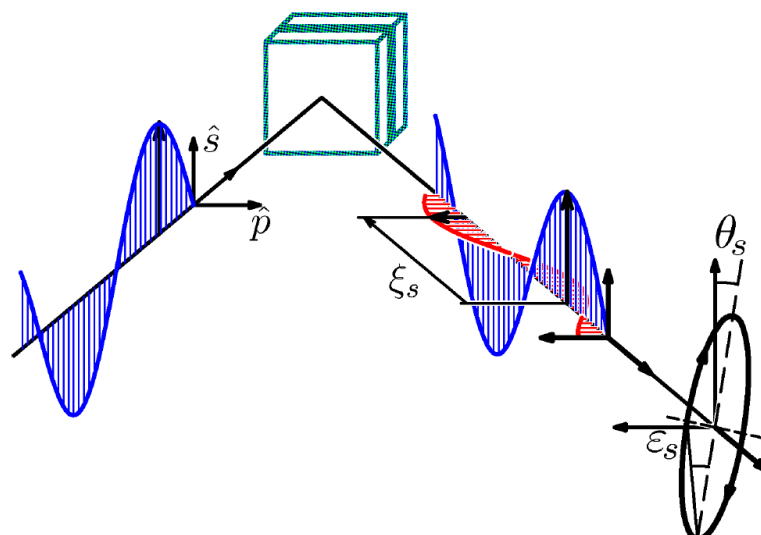
pole, ale kvůli velkým povrchovým nerovnostem nedokázal tento jev dobře popsat. O několik desítek let později pak tento jev pozoroval i John Kerr a popsal stáčení roviny polarizovaného světla při odrazu od povrchu leštěné tyče. John Kerr je tedy zakladatelem této metody a objevil ji v roce 1875. [26]

Rozlišujeme tři geometrická uspořádání této metody v závislosti na směru magnetizace vzorku. Může to být buď polární, transversální nebo longitudinální uspořádání. Rozdělují se podle toho, jaký je směr magnetizace vzorku vůči rovině dopadu záření a rovině povrchu vzorku. U polárního MOKE je vektor magnetizace kolmý k rovině vzorku. Transverzální jev nastává tehdy, je-li vektor magnetizace rovnoběžný s rovinou vzorku a zároveň je vektor magnetizace kolmý na rovinu dopadu. Longitudinální uspořádání odpovídá situaci, kdy je vektor magnetizace rovnoběžný jak s rovinou vzorku, tak s rovinou dopadu. Všechna upořádání jsou znázorněna na obrázku 10. [25, 26, 27]



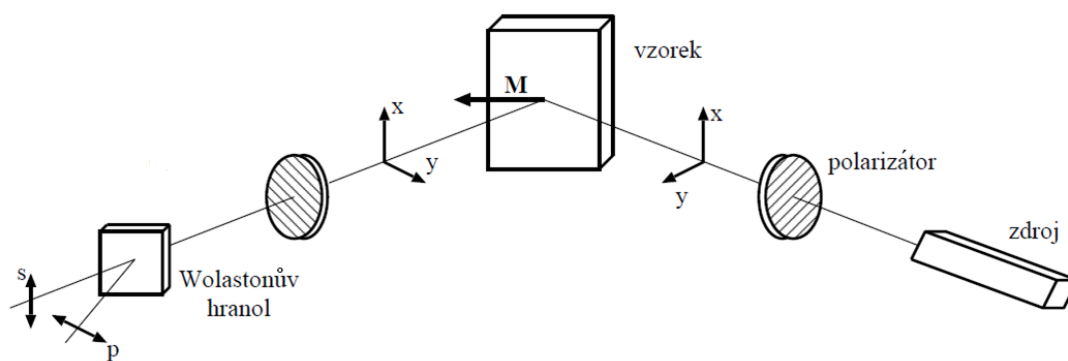
Obr. 10: a) Polární, b) longitudinální, c) transversální uspořádání. [26]

Princip metody je znázorněn na obrázku 11. Na vzorek dopadá lineárně polarizované světlo, řekněme s -polarizované světlo a po odrazu od zmagnetizovaného vzorku se v odražené vlně objeví kromě s -polarizovaného světla, také p -polarizované světlo.



Obr. 11: Schematický princip metody. [28]

Tento jev je způsoben odrazem světla od opticky anizotropního materiálu. Vložením izotropního vzorku do magnetického pole, se z něj stává opticky anizotropní materiál. Díky čemuž pak může dojít ke Kerrově rotaci. Na obrázku 11 je úhel Kerrové rotace označen jako θ_s a elipticita jako ϵ_s . Obě tyto veličiny v našem případě měříme v závislosti na energii. Uspořádání metody je znázorněno na obrázku 12.



Obr. 12: Schematické uspořádání metody MOKE. [29]

3.2.3. Vliv drsného povrchu na reflexní optická měření

Reflexní magnetooptická měření jsou založena na odrazu světla od zkoumaného povrchu vzorku. Nejideálnější by bylo, kdyby byl povrch dokonale hladký, bez nerovností a nedocházelo při odrazu světla k jeho rozptylu nebo ke vzniku efektivních optických vrstev. Běžně měřené vzorky však nejsou dokonale hladké a jejich povrch je drsný, nerovný. Na takovém povrchu dochází při odrazu k rozptylu světla na nerovnostech. Jelikož všechny tyto metody vyhodnocují intenzitu odraženého světla a změnu fáze světla při odrazu, je jasné, že nerovnosti povrchu výsledek měření podstatně ovlivní. Při růstu výšky nerovností bude klesat intenzita záření v přímém odrazu a naopak bude růst intenzita záření rozptýleného. [30]

Při odrazu světla od nerovného povrchu tedy dojde k rozptylu a tím klesne intenzita detekovaného světla oproti intenzitě světla vycházejícího ze zdroje. Na površích s malými nerovnostmi, k tomuto jevu úplně nedochází a pro takové povrchy se modeluje jejich povrch pomocí efektivního prostředí. Aproximuje se dané prostředí, směsí prostředí pomocí vhodného modelu. Nesmíme zapomenout na omezení použití aproximačních modelů a to, že šířka nerovností musí být menší, než je vlnová délka použitého světla λ a hloubka nerovností musí být menší, než hodnota $\lambda/2\pi$. Při větších nerovnostech musíme použít vhodnějších metod pro vyhodnocení, protože dochází na nerovnostech k velkému rozptylu světla a detekované hodnoty nemusí odpovídat skutečnosti. Pro takové povrchy existují optické přístupy, které je modelují. Mezi tyto přístupy patří například difrakční teorie. Protože drsnosti našich vzorků jsou poměrně malé, vystačí nám k popisu drsnosti modely efektivního prostředí.

Směsí materiálů mají často velmi zajímavé optické vlastnosti. Předpokládá se, že optické konstanty směsí reprezentují nějaký druh superpozice (překryvu) optických konstant materiálů, prvků, ze kterých jsou složeny.

Modely efektivních prostředí vychází ze vzorce (1), ve kterém p_j je faktor objemového zastoupení, ε_j je permitivita inkluzí, ε_h je permitivita hostujícího materiálu, ε je výsledná efektivní permitivita a hodnota L závisí na tvaru částic, inkluzí obsažených v materiálu.

$$\frac{(\varepsilon - \varepsilon_h)}{\varepsilon_h + (\varepsilon - \varepsilon_h)L} = \sum_j p_j \frac{(\varepsilon_j - \varepsilon_h)}{\varepsilon_h + (\varepsilon_j - \varepsilon_h)L} \quad (1)$$

Tab. 1: Hodnoty L

tvár inkluze	E rovnoběžný s osou dutiny	E kolmý k ose dutiny
elipsoid s hlavními osy l_a, l_b, l_c	$L_\xi = \frac{l_a l_b l_c}{2} \int_0^\infty \frac{ds}{(s + l_\xi^2) \sqrt{(s + l_a^2)(s + l_b^2)(s + l_c^2)}};$ $\xi = a, b, c$	
koule	$\frac{1}{3}$	
jehla, hrot	0	$\frac{1}{3}$
válec s malou výškou	1	0

Pro sférické částice, kdy je $L = 1/3$, dostaneme vztah (2).

$$\frac{\varepsilon - \varepsilon_h}{\varepsilon + 2\varepsilon_h} = \sum_j p_j \frac{\varepsilon_j - \varepsilon_h}{\varepsilon_j + 2\varepsilon_h} \quad (2)$$

Poslední dva vzorce jsou hlavní reprezentací vzorců pro optické vlastnosti směsí. Samozřejmě všechny dielektrické funkce tady mohou být komplexní a frekvenčně závislé. Dielektrická funkce směsi je závislá na dielektrických funkcích jednotlivých složek, objemovém faktoru a morfologii (charakterizovanou pomocí L). Nicméně je to stále funkce hostující permitivity ε_h , která byla zavedena na začátku a která není v této fázi výpočtu definována pro směsi materiálů. Následující přístupy vyjadřují ε_h pro různé typy směsí.

3.2.3.1. Maxwell - Garnet (MG) přístup

Tento přístup může být nepřírozenější volbou aproximace efektivního prostředí, kdy jednu složku (řekněme h) považujeme za hostující materiál a ostatní jsou inkluze (j). V tomto případě pak máme obecný vztah stejný jako vzorec (1).

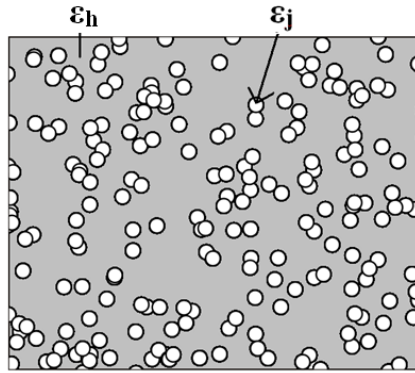
$$\frac{(\varepsilon - \varepsilon_h)}{\varepsilon_h + (\varepsilon - \varepsilon_h)L} = \sum_{j \neq h} p_j \frac{(\varepsilon_j - \varepsilon_h)}{\varepsilon_h + (\varepsilon_j - \varepsilon_h)L},$$

přičemž suma na pravé straně bude menší než 1.

Pro sférické částice dostáváme identický vztah jako vzorec (2).

$$\frac{\varepsilon - \varepsilon_h}{\varepsilon + 2\varepsilon_h} = \sum_j p_j \frac{\varepsilon_j - \varepsilon_h}{\varepsilon_j + 2\varepsilon_h}.$$

Výsledná efektivní permitivita je značena ε . V tomto přístupu záleží, který materiál považujeme za inkluze, a který za hostující matici. Je velký rozdíl, jestli první materiál umístěn ve druhém nebo je-li tomu naopak. Samozřejmě si to nemůžeme zvolit náhodně, ale musíme vycházet ze znalosti struktury zkoumaného vzorku.



Obr. 13: Příklad materiálu, který lze popsat pomocí MG.

3.2.3.2. Lorentz - Lorentz (LL) přístup

Tento přístup předpokládá, že všechny inkluze jsou ve vakuu ($\varepsilon_h = 1$), dostáváme vztah (3).

$$\frac{(\varepsilon - 1)}{1 + (\varepsilon - 1)L} = \sum_j p_j \frac{(\varepsilon_j - 1)}{1 + (\varepsilon_j - 1)L} \quad (3)$$

V tomto případě je objem frakcí, inkluzí mnohem menší než 1. Pro sférické částice se vztah opět zjednoduší.

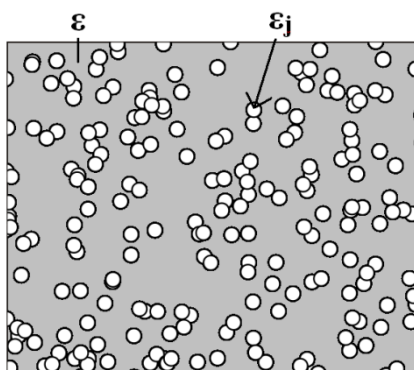
$$\frac{\varepsilon - 1}{\varepsilon + 2} = \sum_j p_j \frac{\varepsilon_j - 1}{\varepsilon_j + 2} \quad (4)$$

3.2.3.3. Bruggemanův přístup

Bruggemanův přístup je někdy označován jako BEMA, přidáním písmena B značící Bruggeman právě před zkratkou EMA (Aproximace pomocí efektivního prostředí, z ang. Effective Medium Approximation). Zde předpokládáme, že efektivní dielektrická funkce je samotné hostující médium, tedy $\varepsilon_h = \varepsilon$. Z toho pak dostaneme obecné vztahy pro libovolný tvar inkluzí a pro případ, kdy máme sférické inkluze. [31]

$$0 = \sum_j p_j \frac{(\varepsilon_j - \varepsilon)}{\varepsilon + (\varepsilon_j - \varepsilon)L} \quad (5)$$

$$0 = \sum_j p_j \frac{\varepsilon_j - \varepsilon}{\varepsilon_j + 2\varepsilon} \quad (6)$$



Obr. 14: Příklad materiálu, který lze popsat pomocí EMA. [32]

4. Experimentální část

4.1. Příprava slitin

Připravili jsme Heuslerovy slitiny NiFeSn, Ni₂FeSn, Mn₂NiSn a Fe₂NiSn. Nejprve jsme si vypočítali navážky pro přípravu jednotlivých slitin a to tak, aby celková navážka byla 10 g. Poměr daných prvků ve slitině musí odpovídat poměru atomových hmotností jednotlivých prvků. Příklad výpočtu například pro Ni₂FeSn je uveden níže. V tabulce 2 jsou pak uvedeny všechny vypočtené hmotnosti i jednotlivé navážky.

$$M_{Ni} = 58,69 \text{ g/mol}$$

$$M_{Fe} = 55,847 \text{ g/mol}$$

$$M_{Sn} = 118,71 \text{ g/mol}$$

$$M_{Mn} = 54,938 \text{ g/mol}$$

$$m_s = 10 \text{ g}$$

$$m_{Ni} = \frac{m_s}{2 \cdot M_{Ni} + M_{Fe} + M_{Sn}} \cdot M_{Ni}$$

$$m_{Ni} = \frac{10}{2 \cdot 58,69 + 55,847 + 118,71} \cdot 2 \cdot 58,69 = 4,0207305 \text{ g}$$

$$m_{Fe} = \frac{m_s}{2 \cdot M_{Ni} + M_{Fe} + M_{Sn}} \cdot M_{Fe}$$

$$m_{Fe} = \frac{10}{2 \cdot 58,69 + 55,847 + 118,71} \cdot 55,847 = 1,9129812 \text{ g}$$

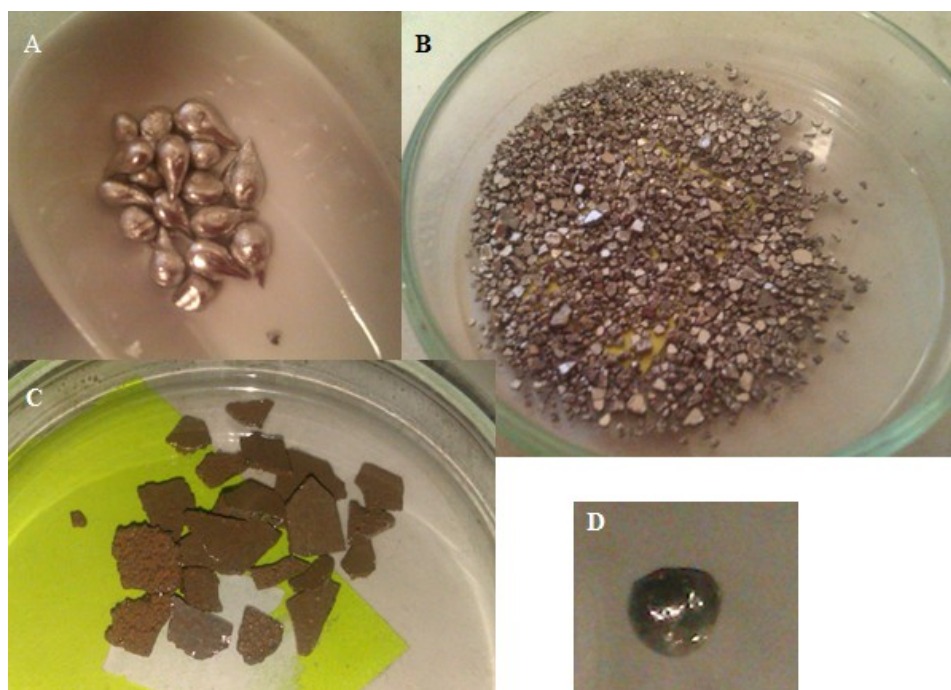
$$m_{Sn} = \frac{m_s}{2 \cdot M_{Ni} + M_{Fe} + M_{Sn}} \cdot M_{Sn}$$

$$m_{Sn} = \frac{10}{2 \cdot 58,69 + 55,847 + 118,71} \cdot 118,71 = 4,0662883 \text{ g}$$

Tab. 2: Vypočítané a navážené hmotnosti jednotlivých prvků.

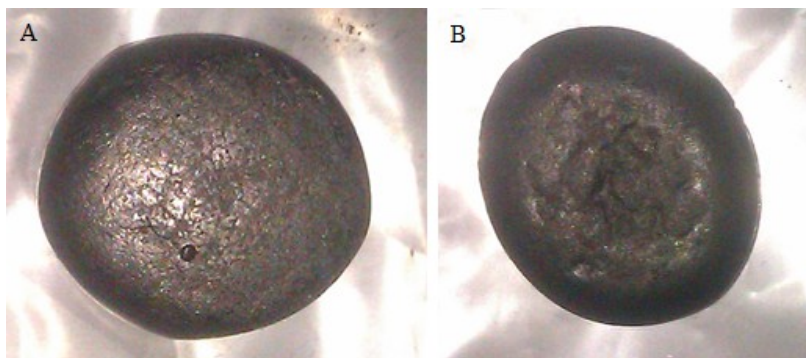
	vypočítané množství (g)				navážené množství (g)			
	m _{Ni}	m _{Fe}	m _{Sn}	m _{Mn}	m _{Ni}	m _{Fe}	m _{Sn}	m _{Mn}
NiFeSn	2,51622	2,39433	5,08945	0	2,51263	2,39458	5,09254	0
Ni ₂ FeSn	4,02073	1,91298	4,06629	0	4,02607	1,91271	4,06601	0
Mn ₂ NiSn	2,04298	0	4,13226	3,82476	2,07883	0	4,13249	3,82353
Fe ₂ NiSn	2,03014	3,86359	4,10628	0	2,0406	3,8689	4,1062	0

Před tavením si musíme zjistit teploty tavení jednotlivých prvků, může se totiž stát, že jeden z prvků bude mít výrazně nižší teplotu tavení než ostatní prvky a rychleji by se při tavení vypařoval. Nedošlo by ke kvantitativnímu spojení látek. V našem případě má cín (Sn) nižší teplotu tavení než nikl (Ni) a železo (Fe), proto pro jistotu, nejdříve vytvoříme slitinu z Fe a Ni a potom k ní přitavíme Sn.

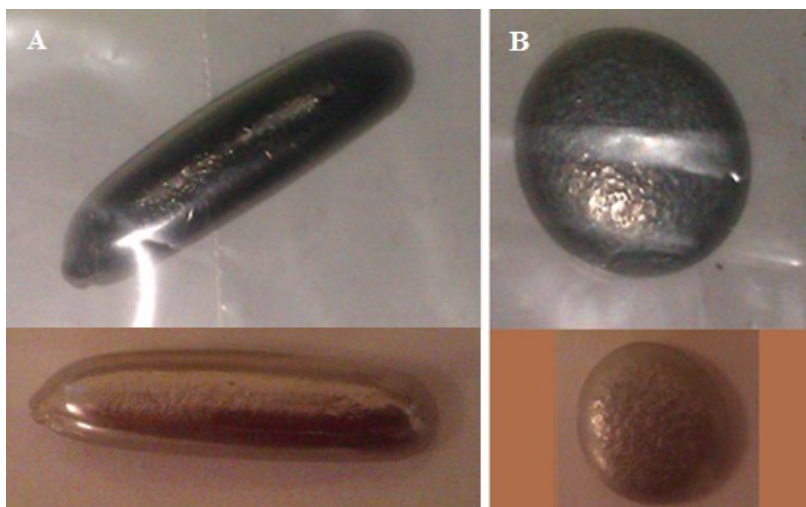


Obr. 15: A) Cín, B) železo, C) mangan, D) nikl.

Stejným způsobem jsme připravili zbylé slitiny, pouze u slitiny Mn₂NiSn jsme nejprve stávil mangan (Mn) a Ni a poté Sn. Mangan se při tavení poměrně rychle vypařoval. Připravené slitiny můžeme vidět na obrázcích 16 a 17.



Obr. 16: A) Slitina Fe_2NiSn , B) slitina Mn_2NiSn .



Obr. 17: A) Slitina Ni_2FeSn , B) slitina $NiFeSn$.

K tavení jsme použili přístroj firmy Edmund Bühler GmbH, který k tavení využívá elektrického oblouku mezi dvěma elektrodami. První elektroda je wolframová ve formě tyčinky s hrotem na konci a druhá elektroda je měděná. Měděná elektroda slouží zároveň jako podložka k tavení. K tomuto přístroji je možnost využít dvě měděné elektrody, pomocí jedné můžeme připravovat tyčky z připravené slitiny a druhá elektroda nám umožňuje připravovat bulkové materiály ve tvaru jako na obrázcích 16 a 17, tedy válečky nebo kruhové slitiny.



Obr. 18: Přístroj Edmund Bühler GmbH.

Slitiny jsme tedy připravili tak, že na měděnou podložku jsme nasypali navážky daných materiálů. V tomto případě jsou všechny z vodivého materiálu, jinak bychom je museli dát do vodivostního obalu. Kolem měděné elektrody jsme umístili ochranné sklo. Celou měděnou elektrodu i s ochranným sklem jsme připevnili k přístroji a utěsnili. Odsáli jsme vzduch a jako atmosféru jsme použili argon (Ar). Tavili jsme v mírném podtlaku. Pomocí elektrického oblouku jsme roztavili jednotlivé prvky a vytvořili slitinu, jak je vidět na obrázku 19.

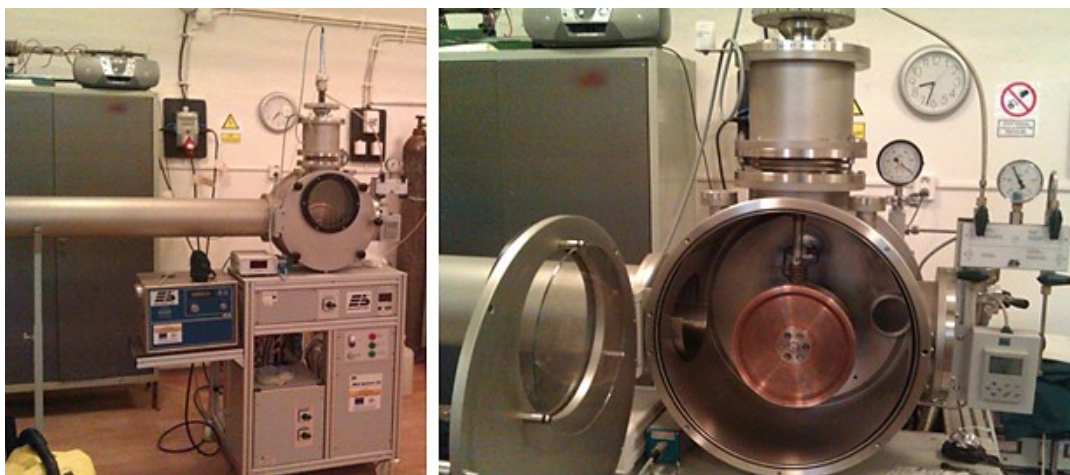


Obr. 19: Vpravo je vidět elektrický oblouk, vlevo je 1- slitina, 2 - wolframová elektroda, 3 - měděná elektroda, 4 - ochranná skla.

Tavíme poměrně krátký čas, přibližně deset sekund, aby nedošlo k roztavení podložky, tedy aby se k naší slitině nepřitavila měď (Cu). Popřípadě, aby se neroztavila i wolframová elektroda. Potřebujeme-li při tavení vyšší teplotu, musíme použít elektrody z jiných materiálů. Při tavení je samozřejmě dokola ochranný kryt kvůli UV záření.

Aby byla připravená slitina pořádně zhomogenizovaná, přetavíme ji několikrát za sebou. Neudržíme-li v komoře podtlak, může dojít k zavzdušnění a zoxidování slitin.

Připravené slitiny byly rozděleny na několik menších částí. Z poloviny každé slitiny se připravily pásy. Zařízení pro přípravu pásků se nazývá Melt spinner od firmy Edmund Bühler (Obr. 20). Opět v tomto zařízení musíme vytvořit vakuum (10^{-5} Pa) a jako pracovní atmosféra se používá helium. Pro vytvoření vakua se používají rotační a difusní pumpa. Nejprve se používá rotační pumpa pro vytvoření nízkého vakua a poté se zapne pumpa difusní. Musí se nejprve použít pumpa rotační, protože difuzní pumpa by se při normálním tlaku zničila.



Obr. 20: Zařízení Melt spinner.

Připravené slitiny se převedou do zkumavky, která má ve svém dně malý otvor. Tato zkumavka se umístí do měděné spirály (cívky), která je dutá a zevnitř chlazená vodou. Pod cívkou je měděný kotouč. Tento kotouč je velice přesně zbroušený, má jemný povrch a je dokonale vyvážený, aby se předešlo jeho zničení při větších otáčkách.

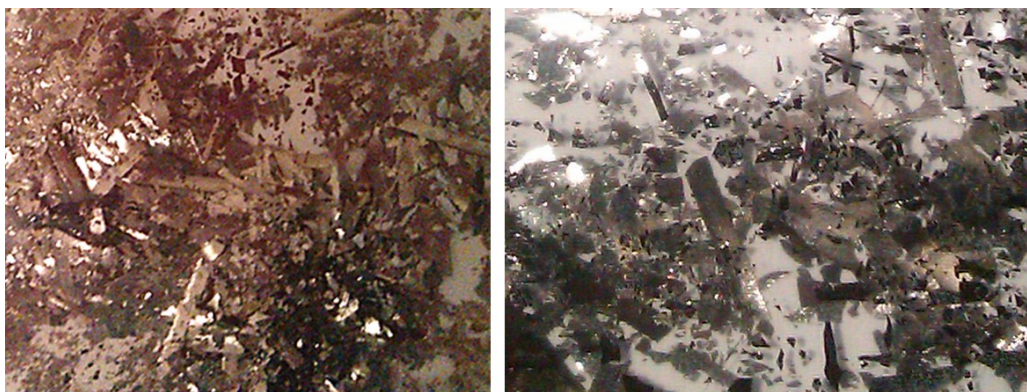
Příprava probíhá tak, že se v cívce se indukují napětí díky vysokofrekvenčnímu VF poli a tím se slitina ve zkumavce zahřívá. Teplota ve zkumavce je shora měřena

pyrometrem. Pyrometr není povinnou součástí přístroje. Kdyby tam nebyl, mohli bychom i shora sledovat, jak se slitina taví. Lepší je však sledovat teplotu slitiny. V tomto případě jsme zahřívali slitiny na teplotu přibližně 1200 °C. Jakmile je slitina roztavená, zvýší se ve zkumavce tlak, slitina dopadne na měděný válec, kde rychle zchladne a odstředivou silou je „odhozena“ do roury. Odtud pak už připravené pásy odebíráme.



Obr. 21: Pracovní komora přístroje Melt spinner (1 - zkumavka, 2 - cívka, 3 - měděný kotouč, 4 - roura).

V přípravě pásků hraje důležitou roli vzdálenost zkumavky od kotouče a to, jestli je slitina dostatečně roztavená. Nejlepší pásy se podařilo připravit ze slitiny Mn_2NiSn (Obr. 22), ovšem u zbylých slitin obsahujících železo se nám podařilo spíše připravit drobné kuličky, zrníčka, než pásy. Kdyby byla nastavena menší vzdálenost zkumavky od kotouče, je možné, že by se nám podařilo ze slitin obsahující železo připravit pásy.

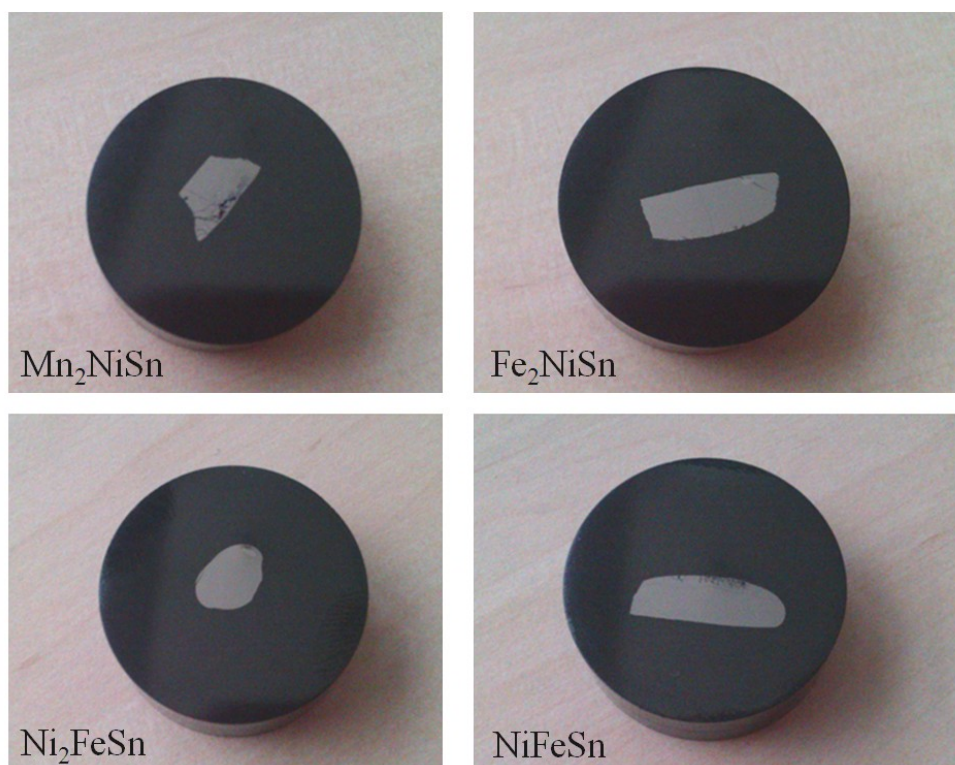


Obr. 22: Ukázka pásků z Mn_2NiSn .

Byly tedy připraveny Heuslerovy slitiny NiFeSn , Ni_2FeSn , Mn_2NiSn a Fe_2NiSn , které dále budeme vyhodnocovat pomocí vybraných metod.

Některé části slitin, ze kterých nebyly připraveny pásy, se zalili do dentakrylu, vybrousili a vyleštili.

Zbylé části ze slitin byly nejprve vyžihány a opět zalité do dentakrylu, vybroušené, vyleštěné a připravené k měření.



Obr. 23: Slitiny zalité v dentakrylu, vybroušené a vyleštěné.

4.2. Optická mikroskopie

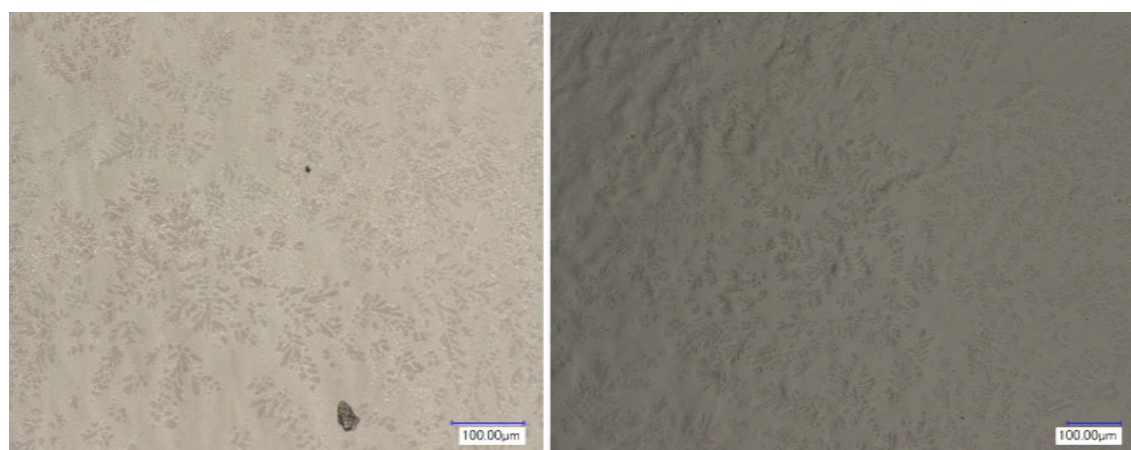
Po vybroušení a vyleštění, se povrch vzorků nejdříve analyzoval optickým mikroskopem. Z výsledků lze říci, že vzorky nejsou úplně homogenní, jak jsme předpokládali. Ve vzorcích se vyskytuje více fází, což není pro optické měření ideální. Pro korekci optických dat bychom potřebovali složité metody, které by nám pomohly upravit naměřená data, aby odpovídaly skutečnosti. Slitiny Ni_2FeSn a Fe_2NiSn nebudeme dále vyhodnocovat pomocí magneto-optických metod, jelikož u nich došlo k rozkladu na dvě přibližně stejně zastoupené fáze. Slitiny Mn_2NiSn a NiFeSn jsou také

dvoufázové, avšak s výraznou převahou jedné fáze. S použitím skenovacího elektronového mikroskopu zjistíme složení jednotlivých fází.

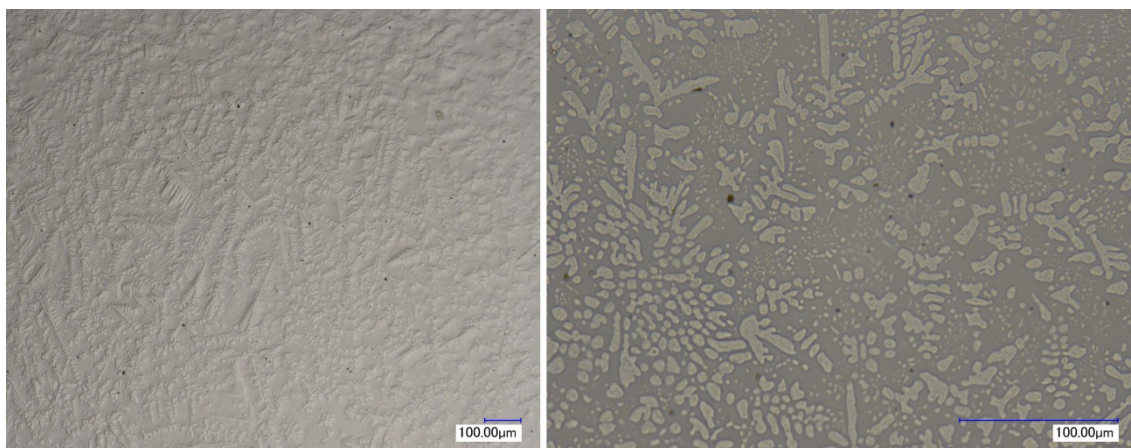
Vzorky, ve kterých výrazně převažuje jedna fáze, budeme dále vyhodnocovat pomocí optických a magneto-optických metod. Níže uvedené obrázky byly pořízeny mikroskopem VHX-1000 firmy Keyence.



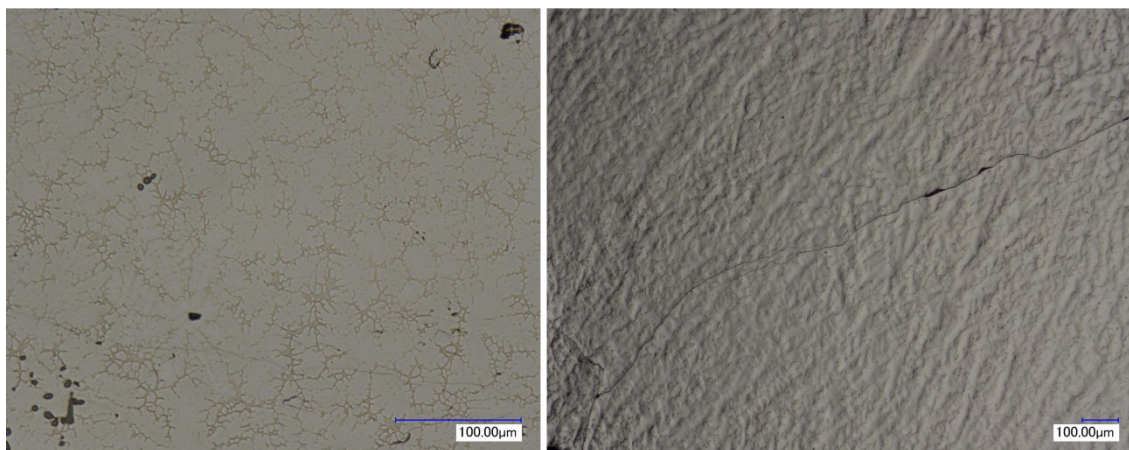
Obr. 24: NiFeSn.



Obr. 25: Ni₂FeSn.

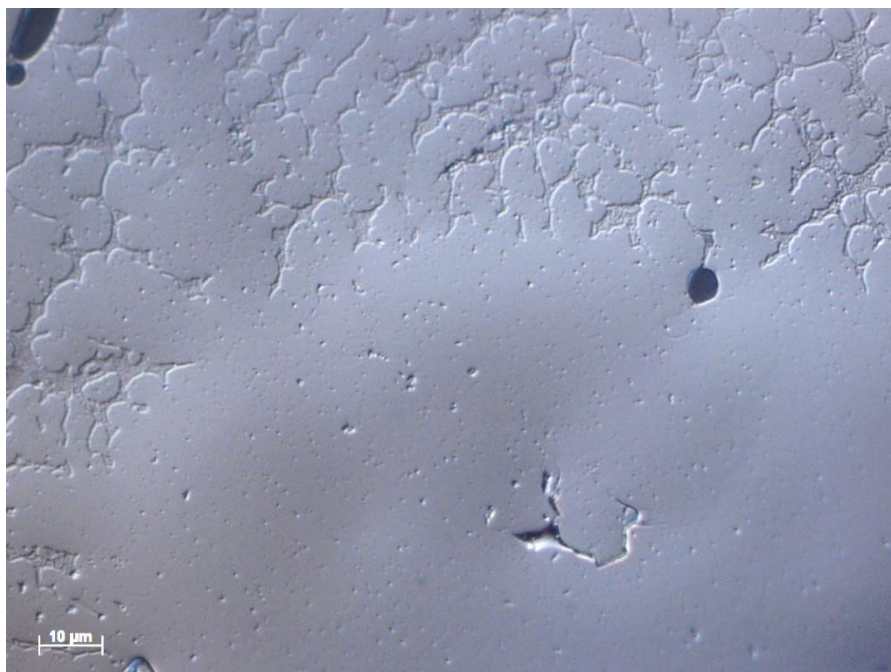


Obr. 26: Fe₂NiSn.



Obr. 27: Mn_2NiSn .

Slitina Mn_2NiSn byla pozorována i mikroskopem Axio Imager Z1m firmy Zeiss.



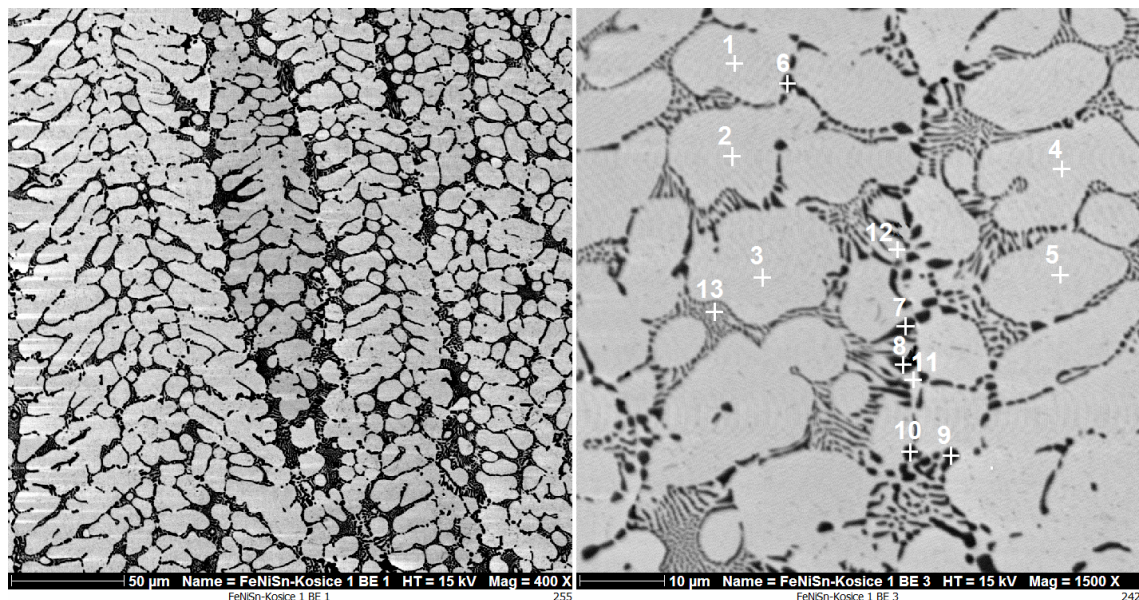
Obr. 28: Mn_2NiSn .

4.3. SEM a EDX měření

Abychom získali detailnější informace o povrchu, fázovém rozložení a složení vzorků, použili jsme skenovací elektronový mikroskop. Měřili jsme v režimu BSE (zpětně odražené elektrony) a SE (sekundární elektrony). Prvkové složení jsme získali z charakteristického záření (EDX).

4.3.1. SEM a EDX - Fe_2NiSn

Z plochy a u daných bodů 1-13 bylo zjišťováno prvkové složení. Urychlovací napětí bylo 15kV.



Obr. 29: SEM - Fe_2NiSn režim zpětně odražených elektronů (zvětšení vlevo 400x, vpravo 1500x).

V tabulce 3 jsou uvedeny výsledky hmotnostních a atomových procent. Pro ukázkou je v grafu 1 znázorněna závislost energie elektronů na intenzitě, získané z plochy vzorku Fe_2NiSn .

Tab. 3: Hmotnostní W a atomové A složení slitiny Fe_2NiSn v procentech.

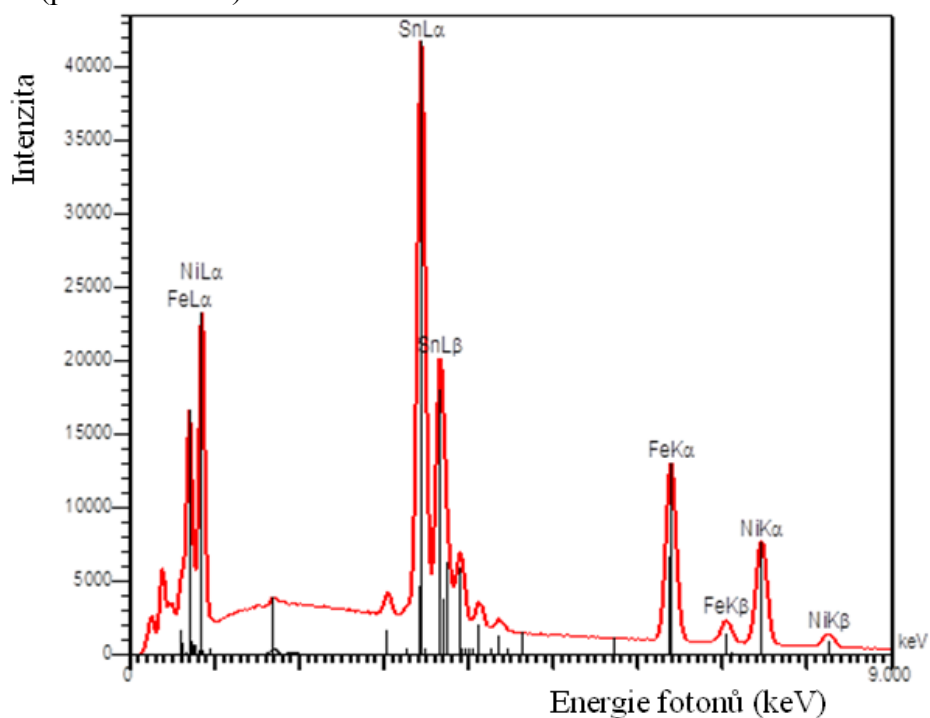
	Fe		Ni		Sn		Σ	
	W [%]	A [%]	W [%]	A [%]	W [%]	A [%]	W [%]	A [%]
plocha	24,94	34,11	24,73	32,18	52,37	33,7	102,04	99,99
bod 1	18,53	26,73	25,94	35,59	55,55	37,69	100,02	100,01
bod 2	17,95	25,89	26,07	35,77	56,52	38,35	100,54	100,01
bod 3	17,41	25,26	26,20	36,17	56,47	38,56	100,08	99,99

bod 4	17,33	25,01	26,80	36,78	56,26	38,20	100,39	99,99
bod 5	17,79	25,59	26,81	36,68	55,76	37,73	100,36	100,00
bod 6	79,60	86,26	7,72	7,96	11,34	5,78	98,66	100,00
bod 7	80,40	86,95	7,28	7,49	10,92	5,55	98,60	99,99
bod 8	81,74	87,91	6,22	6,36	11,33	5,73	99,29	100,00
bod 9	81,17	87,54	6,84	7,02	10,71	5,43	98,72	99,99
bod 10	81,33	87,96	6,65	6,84	10,21	5,20	98,19	100,00
bod 11	17,26	25,18	25,83	35,85	56,78	38,98	99,87	100,01
bod 12	17,89	25,97	25,92	35,79	55,99	38,24	99,80	100,00
bod 13	32,40	43,18	22,39	28,38	45,34	28,44	100,13	100,00

Světlá místa na obrázku 29 (body 1-5 a 11-12) odpovídají složení, kdy atomová procenta Fe jsou 26 %, Ni 36 % a Sn 38 %, což odpovídá složení $\text{Fe}_2\text{Ni}_3\text{Sn}_3$. Druhá fáze (body 6-10) obsahuje Fe (87 %), Ni (7 %), Sn (6 %). V této fázi převládá železo.

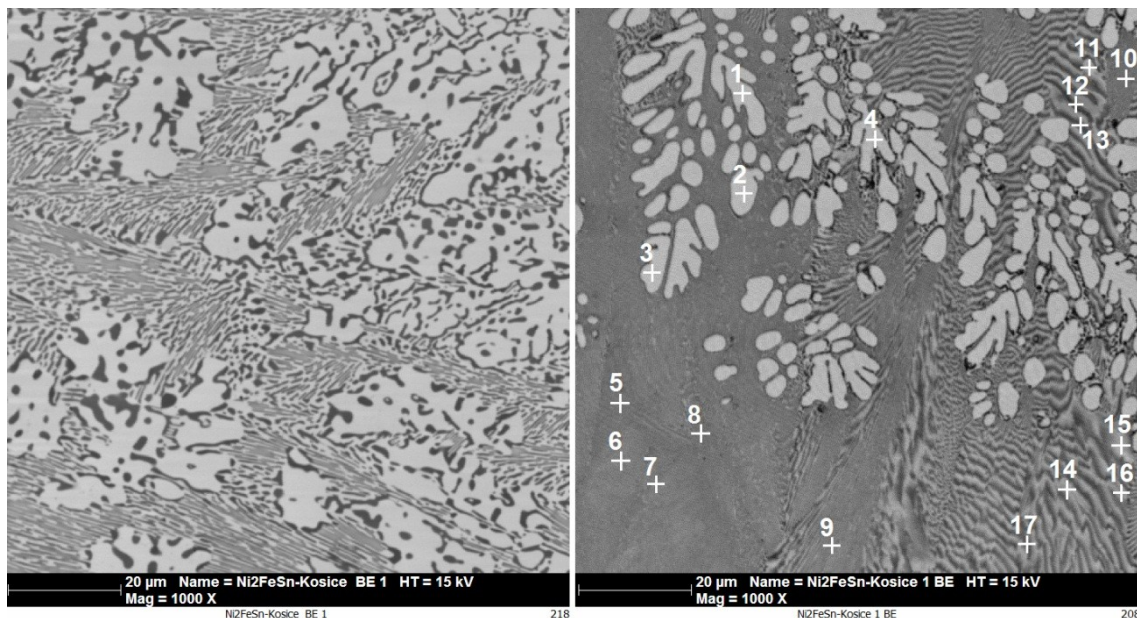
Ukázalo se, že požadovaná slitina Fe_2NiSn je strukturně nestabilní a vznikly dvě fáze místo jedné. Proto tento vzorek nebude dále studován optickými metodami.

Graf 1: EDS spektrum - závislost energie elektronů na intenzitě detekovaného záření (plocha vzorku).



4.3.2. SEM a EDX - Ni_2FeSn

Z bodů 1 až 17 bylo opět zjišťováno hmotnostní i atomové procentní složení. Urychlovací napětí bylo 15 kV.



Obr. 30: SEM - Ni_2FeSn režim zpětně odražených elektronů (zvětšení 1000x).

Z tabulky 4 můžeme vyčíst zjištěné složení jednotlivých bodů. U bodů 5 až 17 atomové složení Ni (26 %), Fe (49 %), Sn (25 %) téměř odpovídá požadovanému složení slitiny Ni_2FeSn . Nikl je ve dvojnásobném množství než zbylé prvky. Tyto body odpovídají tmavším místům na obrázku. U světlejších míst, tedy bodů 1 až 4, je složení Fe (7 %), Ni (54 %), Sn (38 %), což odpovídá složení Ni_3Sn_2 . Protože tento vzorek má také dvoufázové složení, nebude dále studován optickými metodami.

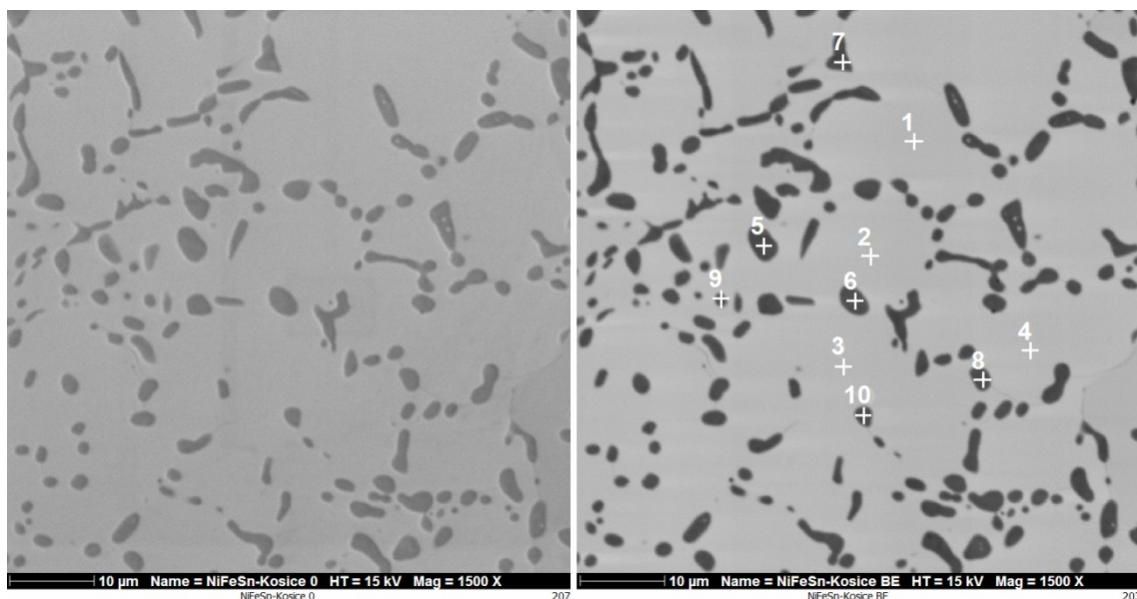
Tab. 4: Hmotnostní a atomové složení slitiny Ni_2FeSn v procentech.

	Fe		Ni		Sn		Σ	
	W [%]	A [%]	W [%]	A [%]	W [%]	A [%]	W [%]	A [%]
bod 1	5,30	7,70	39,38	54,41	55,43	37,89	100,11	100,00
bod 2	5,13	7,47	39,23	54,38	55,64	38,15	100,00	100,00
bod 3	5,12	7,40	39,66	54,57	55,86	38,02	100,64	99,99
bod 4	5,10	7,36	39,85	54,70	55,87	37,94	100,82	100,00
bod 5	20,79	27,26	38,71	48,28	39,66	24,47	99,16	100,01
bod 6	19,61	25,71	39,22	48,91	41,13	25,38	99,96	100,00
bod 7	19,81	25,94	39,28	48,92	40,82	25,14	99,91	100,00
bod 8	21,69	27,98	39,31	48,22	39,23	23,80	100,23	100,00
bod 9	19,67	26,03	38,80	48,84	40,36	25,13	98,83	100,00

bod 10	23,00	29,73	38,39	47,22	37,89	23,05	99,28	100,00
bod 11	19,05	25,53	38,37	48,90	40,56	25,57	97,98	100,00
bod 12	28,77	35,44	38,54	45,17	33,44	19,38	100,75	99,99
bod 13	27,28	34,09	38,44	45,69	34,40	20,22	100,12	100,00
bod 14	15,57	21,26	39,14	50,84	43,42	27,90	98,13	100,00
bod 15	16,62	22,66	38,53	49,98	42,65	27,36	97,8	100,00
bod 16	18,55	24,71	38,90	49,29	41,47	26,00	98,92	100,00
bod 17	22,21	28,42	39,17	47,68	39,68	23,89	101,06	99,99

4.3.3. SEM a EDX - NiFeSn

Zde jsou uvedeny obrázky slitiny NiFeSn z režimu sekundárních i zpětně odražených elektronů ze stejné plochy. Opět u vyznačených bodů bylo zjišťováno složení.



Obr. 31: SEM - NiFeSn, vlevo SE, vpravo režim zpětně odražených elektronů (zvětšení 1500x).

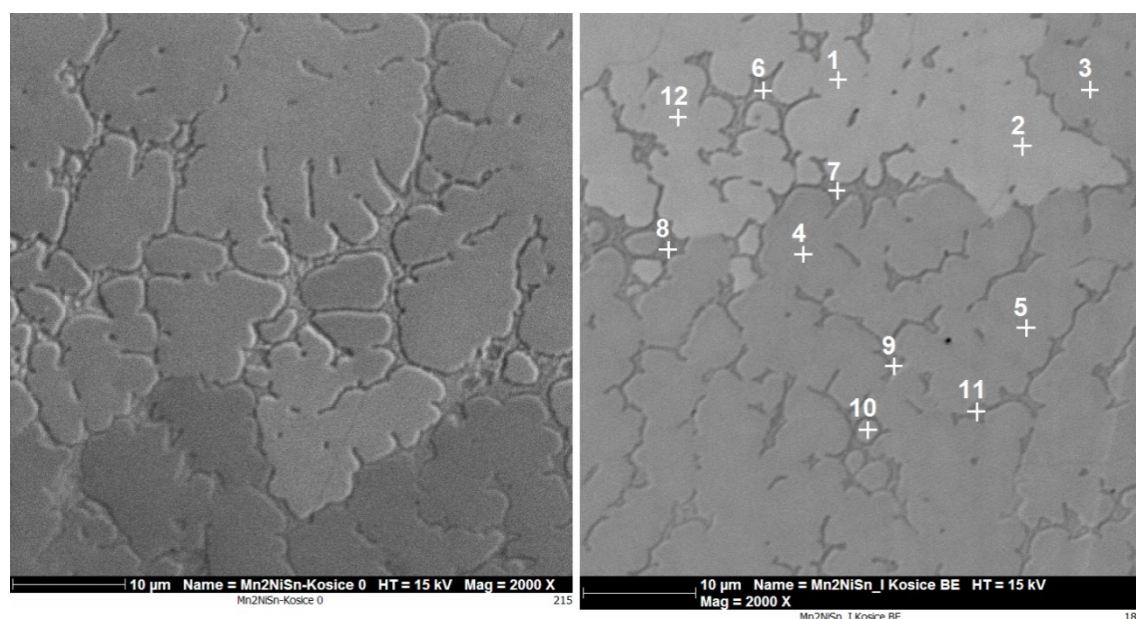
Body 1 až 4 umístěné do světlejších míst na obrázku odpovídají jedné fázi, ve které jsou Fe, Ni a Sn přibližně ve stejném atomovém poměru, Fe (23 %), Ni (37 %), Sn (39 %), což odpovídá přibližně složení $\text{Fe}_2\text{Ni}_3\text{Sn}_3$. Ve tmavších místech (body 5 – 10) výrazně převažuje železo, přibližně Fe (91 %), Ni (7 %), Sn (2 %). Látka je sice dvoufázová, ale jak ukazuje SEM fotografie, fáze $\text{Fe}_2\text{Ni}_3\text{Sn}_3$ je dominantní (přibližně 90%). Proto jsme se rozhodli, že analyzujeme tuto slitinu pomocí elipsometrie a magneto-optické spektroskopie.

Tab. 5: Hmotnostní a atomové složení slitiny NiFeSn v procentech.

	Fe		Ni		Sn		Σ	
	W [%]	A [%]	W [%]	A [%]	W [%]	A [%]	W [%]	A [%]
bod 1	16,37	23,73	26,95	37,16	57,33	39,11	100,65	100,00
bod 2	16,09	23,35	27,06	37,36	57,51	39,28	100,66	99,99
bod 3	15,97	23,26	27,01	37,41	57,38	39,32	100,36	99,99
bod 4	16,11	23,40	26,85	37,09	57,83	39,51	100,79	100,00
bod 5	88,56	91,21	7,05	6,90	3,89	1,89	99,50	100,00
bod 6	87,96	91,04	7,05	6,94	4,13	2,01	99,14	99,99
bod 7	88,00	91,44	6,61	6,54	4,14	2,03	98,75	100,01
bod 8	88,11	91,41	6,69	6,60	4,09	2,00	98,89	100,01
bod 9	82,49	86,95	7,85	7,87	10,44	5,18	100,78	100,00
bod 10	87,12	91,11	6,85	6,82	4,21	2,07	98,18	100,00

4.3.4. SEM a EDX - Mn_2NiSn

Při urychlovacím napětí 15 kV jsme zjišťovali složení bodů 1 až 12. Uvedené obrázky jsme získali pomocí zpětně odražených elektronů.



Obr. 32: SEM - Mn_2NiSn režim zpětně odražených elektronů (2000x).

U bodů 1 až 5 atomové složení slitiny je Mn (51 %), Ni (24 %), Sn (25 %), což odpovídá požadovanému složení Mn_2NiSn . U zbylých bodů je složení přibližně Mn (60 %), Ni (15 %), Sn (25 %), což znamená, že je mangan mírně v přebytku a došlo k úbytku niklu. Jelikož míst, kde je Mn v přebytku, je mnohem méně než zbylé slitiny

s daným atomovým poměrem, tato slitina bude studována pomocí elipsometrie a magneto-optické spektroskopie.

Tab. 6: Hmotnostní a atomové složení slitiny Mn_2NiSn v procentech.

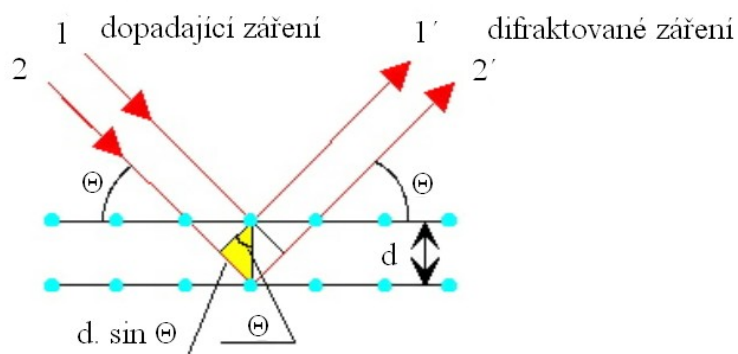
	Mn		Ni		Sn		Σ	
	W [%]	A [%]	W [%]	A [%]	W [%]	A [%]	W [%]	A [%]
bod 1	39,95	51,53	19,62	23,68	41,54	24,79	101,11	100,00
bod 2	39,71	51,16	19,71	23,76	42,06	25,08	101,48	100,00
bod 3	38,73	50,28	20,45	24,85	41,38	24,87	100,56	100,00
bod 4	39,23	51,29	19,34	23,67	41,37	25,04	99,94	100,00
bod 5	39,48	51,55	19,14	23,40	41,44	25,05	100,06	100,00
bod 6	47,16	60,55	12,41	14,91	41,31	24,55	100,88	100,01
bod 7	46,62	60,19	12,64	15,27	41,05	24,54	100,31	100,00
bod 8	48,55	62,82	10,64	12,88	40,56	24,29	99,75	99,99
bod 9	46,18	59,30	13,62	16,37	40,95	24,34	100,75	100,01
bod 10	40,37	52,89	18,31	22,44	40,67	24,66	99,35	99,99
bod 11	48,61	63,44	9,80	11,97	40,72	24,59	99,13	100,00
bod 12	39,89	51,73	19,08	23,16	41,84	25,12	100,81	100,01

4.3.5. SEM a EDX - Vyhodnocení

Pomocí skenovací elektronové mikroskopie jsme vyloučili slitiny Ni_2FeSn a Fe_2NiSn pro další měření. Slitiny NiFeSn a Mn_2NiSn také nebyly monofázové, ale z důvodu nepříliš velkých odlišností mezi jednotlivými fázemi, kdy navíc jedna fáze převažovala objemově nad druhou, jsme se rozhodli tyto slitiny analyzovat pomocí elipsometrie a magneto-optické spektroskopie.

4.4. XRD měření

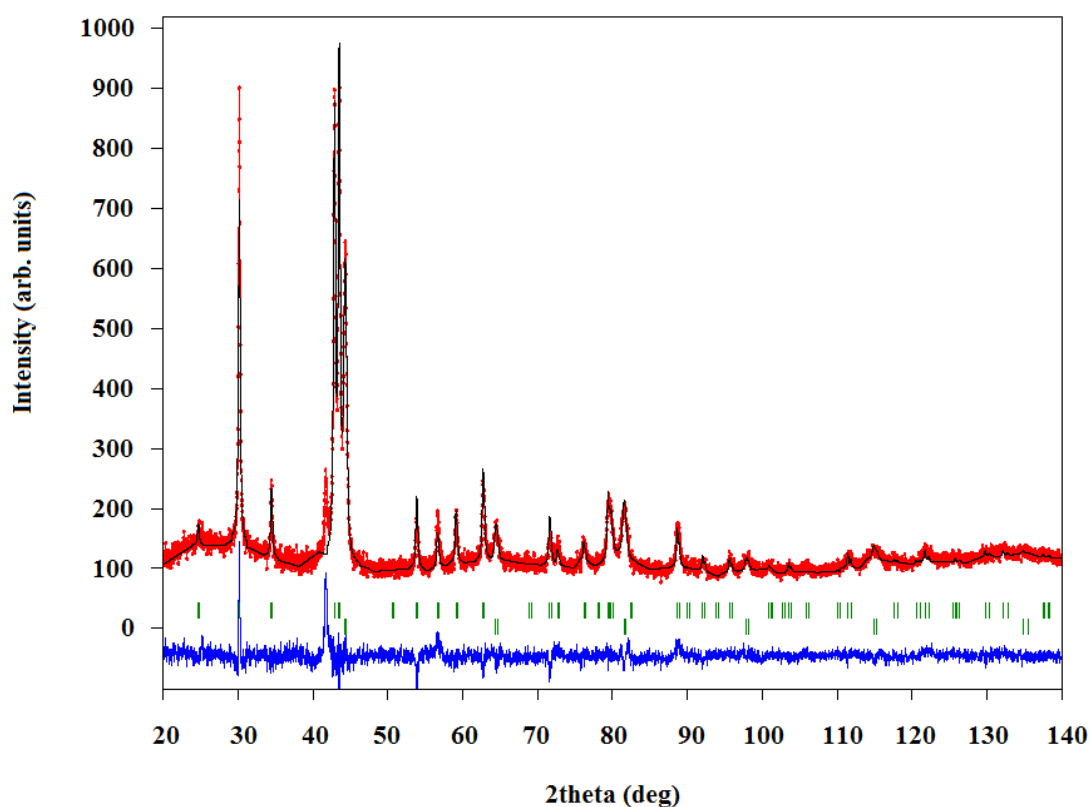
Pomocí metody XRD jsme se snažili zjistit prostorové uspořádání daných sloučenin a jejich fází. Výsledkem XRD měření je závislost intenzity na úhlu 2Θ . Úhel Θ je definován v Braggově rovnici, která popisuje základní podmínky pro vznik rentgenového difrakčního obrazce a je znázorněn na obrázku 33.



Obr. 33: Odraz záření o atomární roviny a znázornění úhlu Θ . [33]

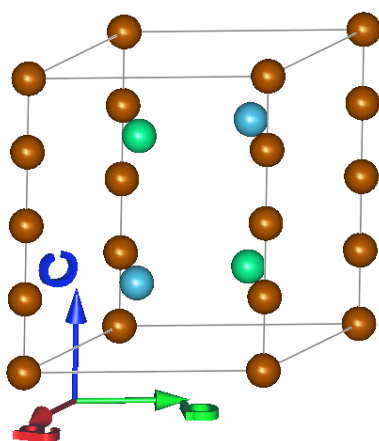
4.4.1. XRD - Fe_2NiSn

Výsledkem měření XRD je graf závislosti detekované intenzity na úhlu 2Θ . Každý pík nám udává přítomnost dané atomární roviny, a čím více atomů je v dané rovině, tím je pík intenzivnější.



Obr. 34: Závislost intenzity na úhlu 2Θ slitiny Fe_2NiSn .

Zjistili jsme, že vzorek má hexagonální strukturu (prostorová grupa $P6_3/mmc$). Z grafu můžeme dále usoudit, že vzorek navíc obsahuje fázi čistého železa s prostorově centrovanou kubickou mříží (bcc, Body Centered Cubic). Prostorová grupa této fáze je $Im-3m$ a podle SEM známe složení této fáze (přibližně 88 at. % Fe, 7 at. % Ni, 5 at. % Sn). Mřížková konstanta je rovna 2,89 Å. Podle reflexe $2\Theta = 41,7^\circ$ je pravděpodobné, že se tam vyskytuje i třetí fáze, kterou se nepodařilo určit.



- $a = b = 4,159 \text{ Å}$
- $c = 5,201 \text{ Å}$
- $\alpha = \beta = 90^\circ$
- $\gamma = 120^\circ$

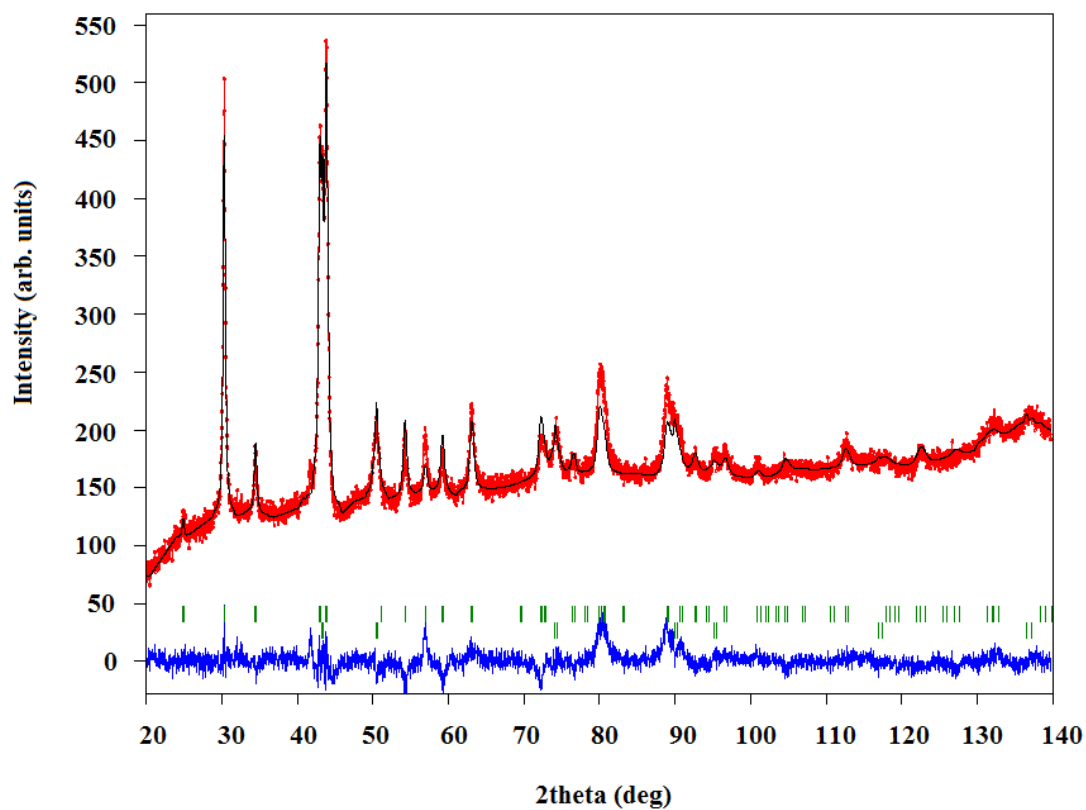
Pozice atomů:

- **Fe:** $2a = [0; 0; 0]$, $2b = [0; 0; 1/4]$
- **Sn:** $2c = [1/3; 2/3; 1/4]$
- **Ni:** $2d = [1/3; 2/3; 3/4]$

Obr. 35: Struktura vzorku Fe_2NiSn .

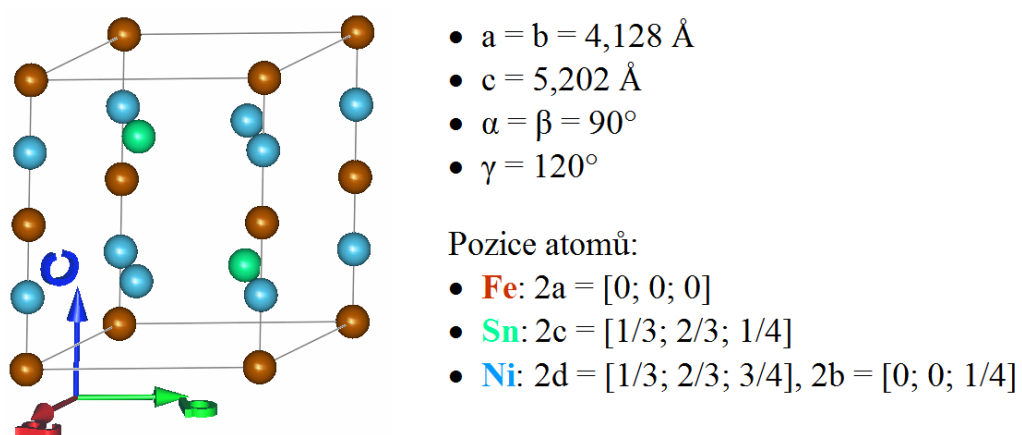
4.4.2. XRD - Ni_2FeSn

Této slitině odpovídá hexagonální struktura s prostorovou grupou $P6_3/mmc$. Vzorek navíc obsahuje čistý nikl se strukturou fcc, tedy s plošně centrovanou kubickou mřížkou (fcc, Face Centered Cubic) a prostorovou grupou $Fm-3m$. Vyjdeme-li z naměřených dat ze skenovacího elektronového mikroskopu, můžeme vyvodit složení této fáze, a to 55 at. % Ni, 7 at. % Fe, 38 at. % Sn. Mřížková konstanta této mřížky je 3,165 Å.



Obr. 36: Závislost intenzity na úhlu 2θ slitiny Ni_2FeSn .

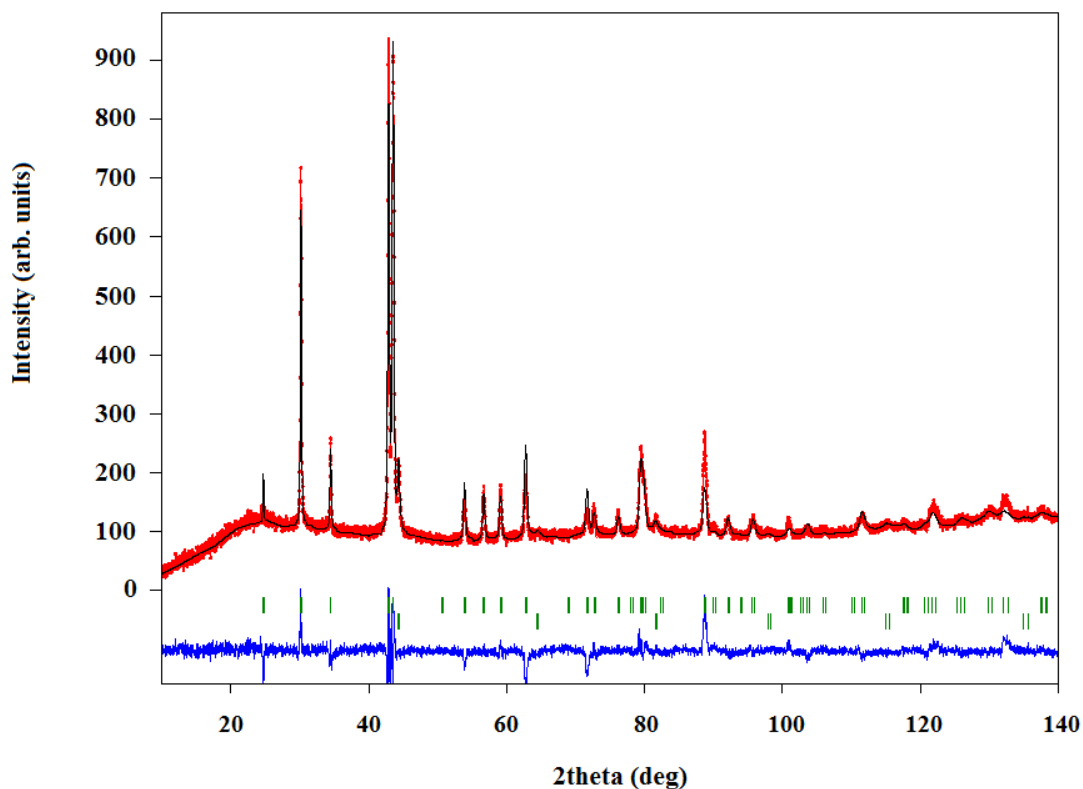
Struktura slitiny Ni_2FeSn je znázorněna na obrázku 37.



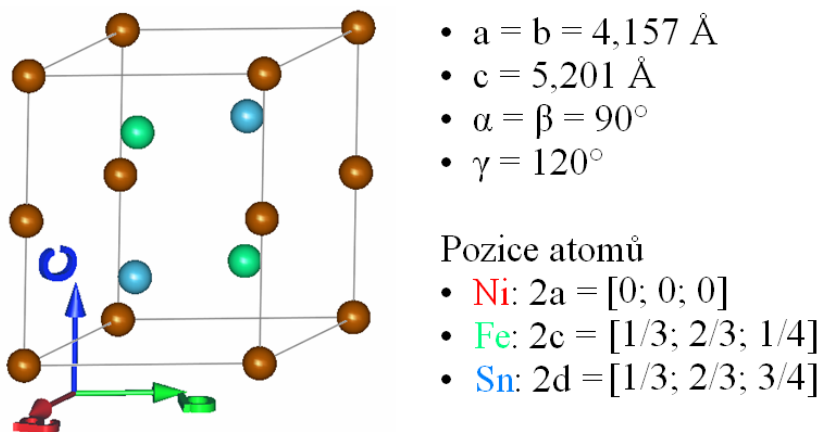
Obr. 37: Struktura slitiny Ni_2FeSn .

4.4.3. XRD - NiFeSn

Tato slitina má opět hexagonální strukturu. Prostorová grupa je $P6_3/mmc$. Podle grafu obsahuje fázi čistého železa se strukturou bcc (prostorově centrovaná kubická mříž), prostorovou grupou $Im-3m$ a mřížkovou konstantou 2,888 Å. Ze SEM měření můžeme říct, že to není čisté železo, ale obsahuje přibližně 91 at. % Fe, 7 at. % Ni a 2 at. % Sn a tato fáze zabírá 13,5 % plochy.



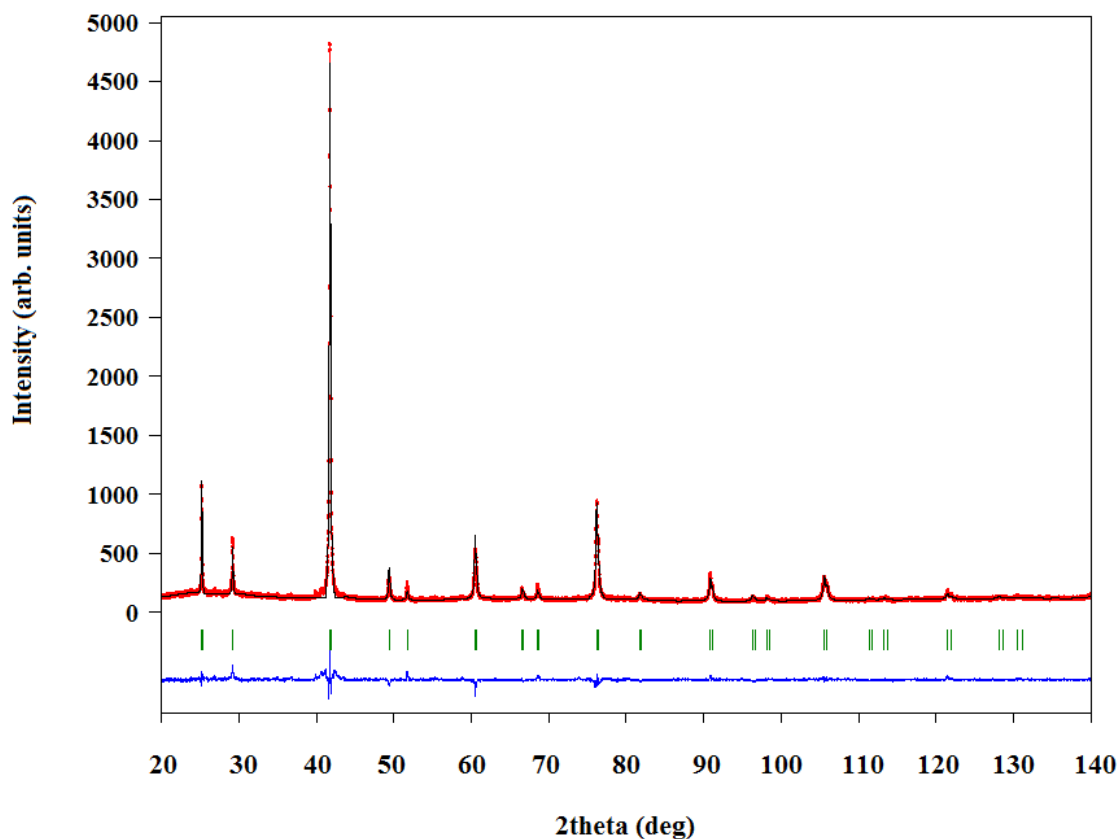
Obr. 38: Závislost intenzity na úhlu 2θ slitiny NiFeSn.



Obr. 39: Struktura slitiny NiFeSn.

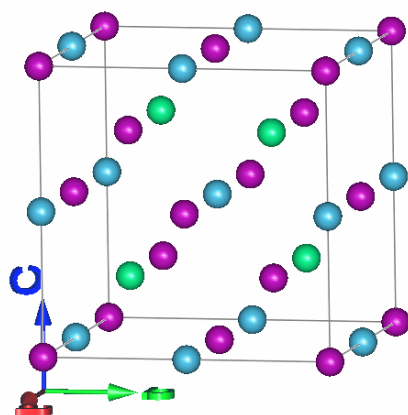
4.4.4. XRD - Mn_2NiSn

Na obrázku 40 opět můžeme vidět výsledek z XRD měření, tedy závislost detekované intenzity na úhlu 2Θ .



Obr. 40: Závislost intenzity na úhlu 2Θ slitiny Mn_2NiSn .

Slitina vykazuje Heuslerovu inverzní kubickou strukturu s prostorovou grupou $F\bar{4}3m$. Obsahuje přibližně 51 % Mn, 24 % Ni a 25 % Sn.



- $a = b = c = 6,118 \text{ \AA}$
- $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$

Pozice atomů

- **Mn**: $4a = [0; 0; 0]$, $4b = [1/4; 1/4; 1/4]$
- **Sn**: $4d = [3/4; 3/4; 3/4]$
- **Ni**: $4c = [1/2; 1/2; 1/2]$

Obr. 41: Struktura slitiny Mn_2NiSn .

4.5. AFM měření

Měřili jsme na automatizovaném mikroskopu atomárních sil NEXT od firmy NT-MDT (Molecular Devices and Tools for Nanotechnology). Tento mikroskop je poměrně snadno ovladatelný a má v sobě zabudovaný i systém pro skenovací tunelovací mikroskopii. Pro naše měření jsme využili pouze mikroskop atomárních sil. Měřili jsme v kontaktních a semikontaktním módu se zápornou zpětnou vazbou. Z výsledných obrázků jsme mohli charakterizovat povrch včetně jeho drsnosti.

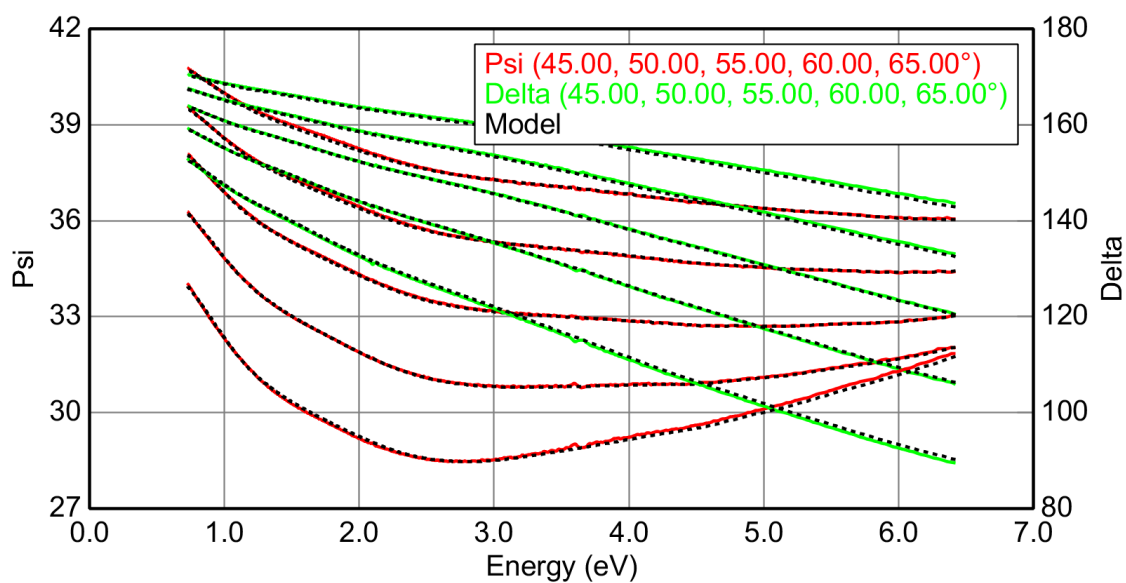


Obr. 42: Mikroskop atomárních sil NEXT. [13]

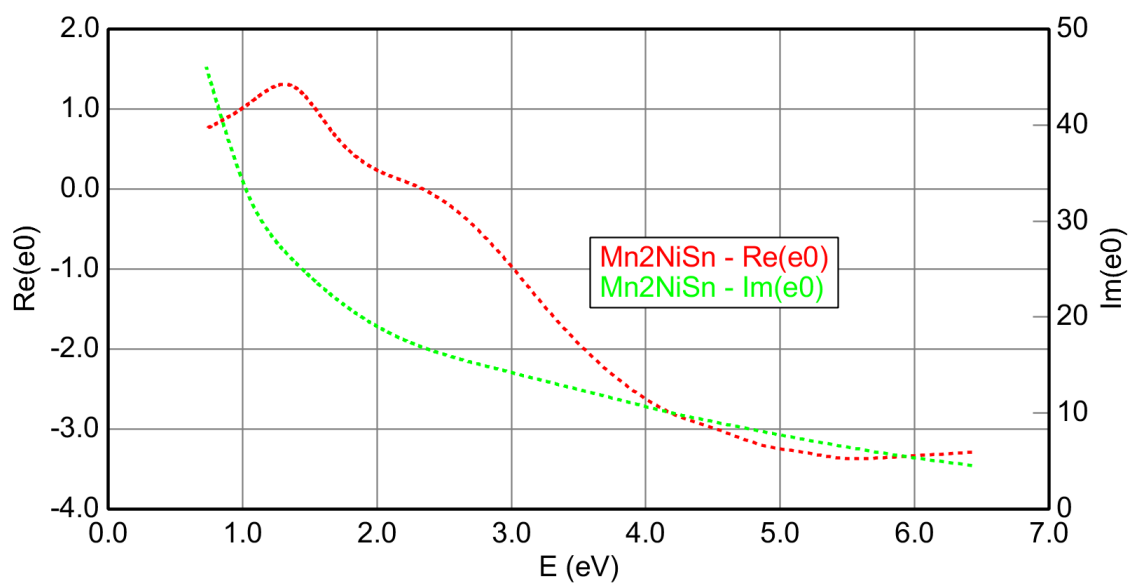
Pomocí obrázků z AFM, které zde uvedeny nebudou, z důvodu podobnosti s obrázky ze SEM, jsme určili drsnost povrchu slitiny Mn_2NiSn a slitiny NiFeSn . Pro obě tyto slitiny jsme došli k závěru, že průměrná hodnota nerovností je 6 nm. Tuto hodnotu budeme dále potřebovat k vyhodnocení elipsometrických dat.

4.6. Elipsometrické měření

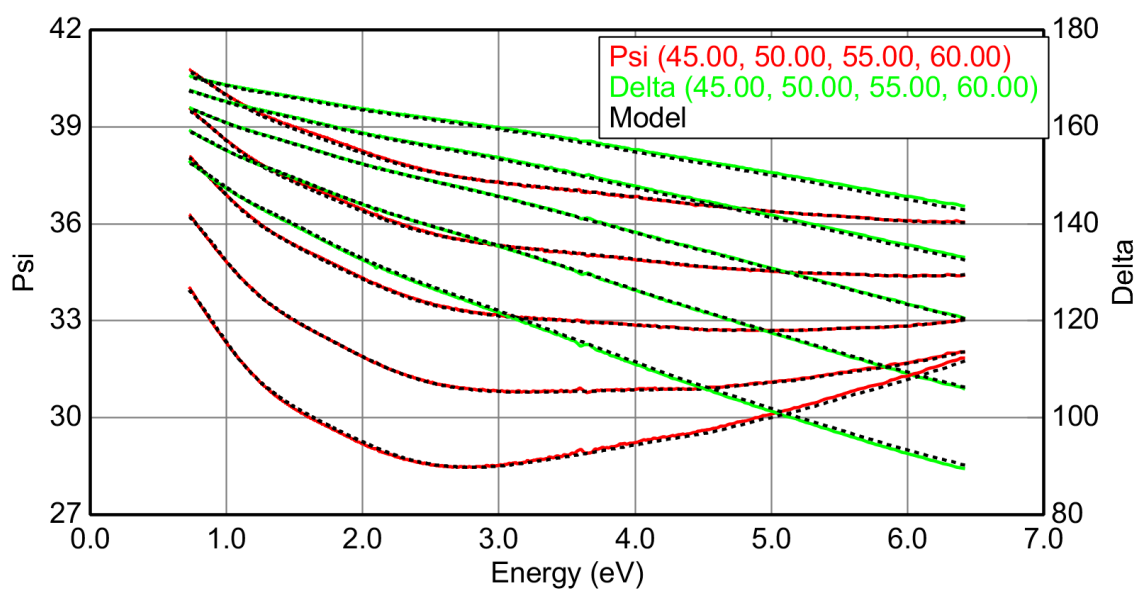
Pomocí elipsometrie jsme měřili při několika úhlech dopadu nežíhané vzorky Mn_2NiSn a NiFeSn . Naměřená data, vyjádřená pomocí úhlů Ψ a Δ jsme fitovali pomocí funkce spline se zadanou drsností povrchu 6 nm, nezávisle získanou z mikroskopie atomárních sil. Získali jsme závislosti reálných a imaginárních složek permitivity na energii fotonů. Imaginární složka permitivity nám udává absorpci daného vzorku. Výsledky těchto měření jsou uvedeny na obrázcích 43 až 46.



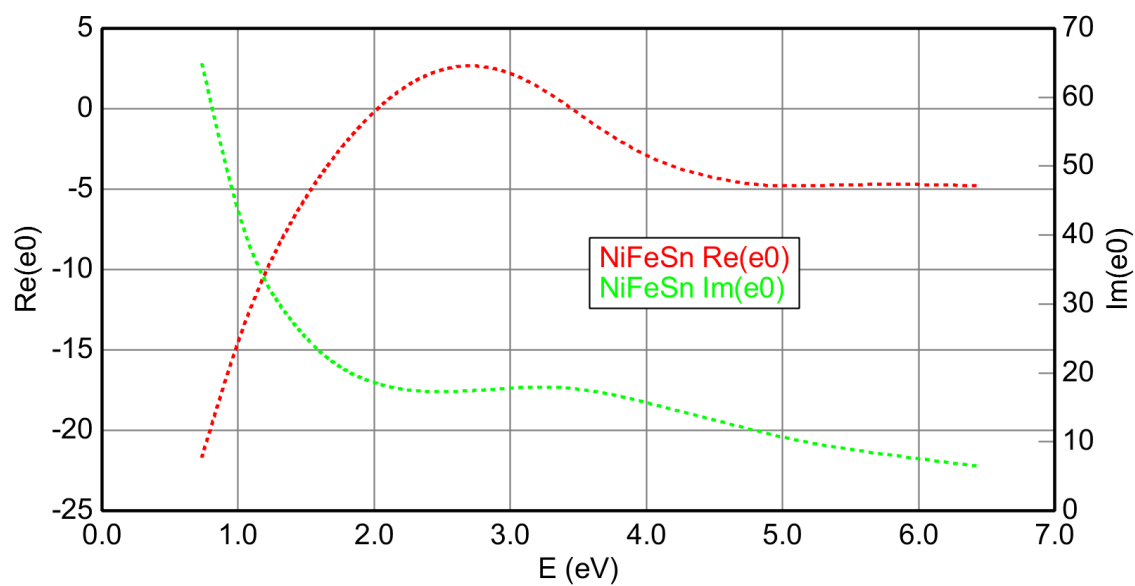
Obr. 43: Hodnoty úhlů Ψ a Δ (psi a delta) v závislosti na energii - Mn_2NiSn .



Obr. 44: Závislost reálné a imaginární složky permitivity na energii - Mn_2NiSn .



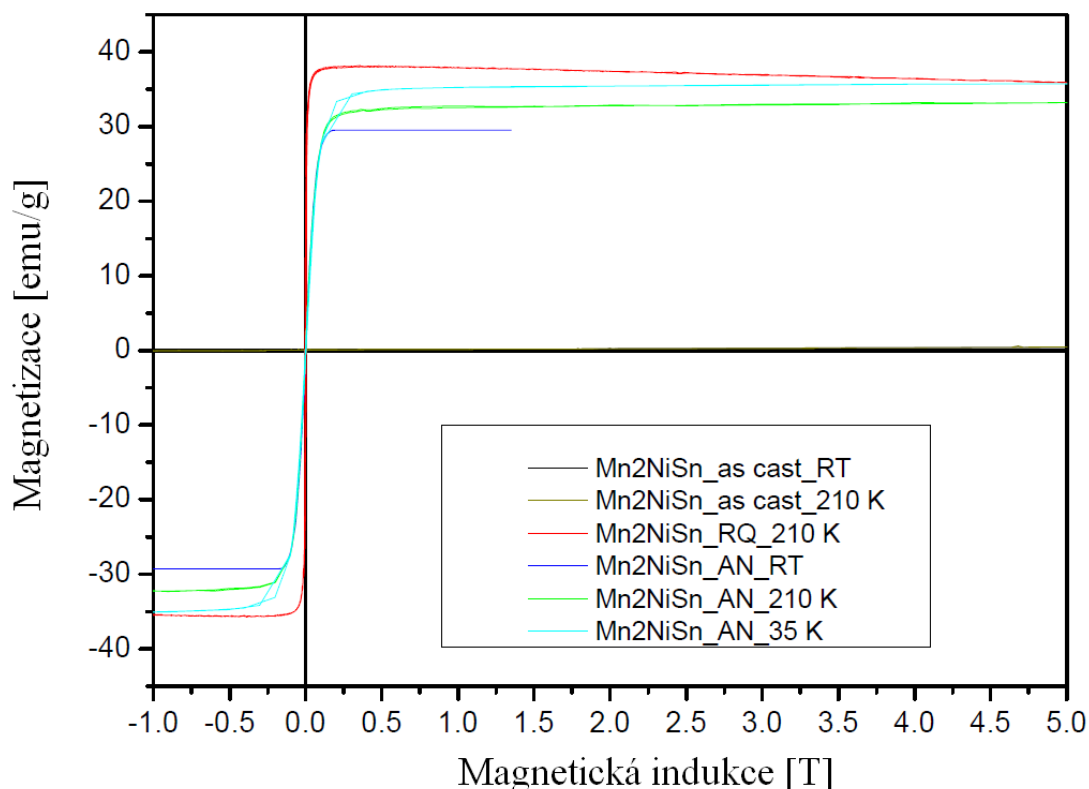
Obr. 45: Hodnoty úhlů Ψ a Δ (psi a delta) v závislosti na energii - NiFeSn.



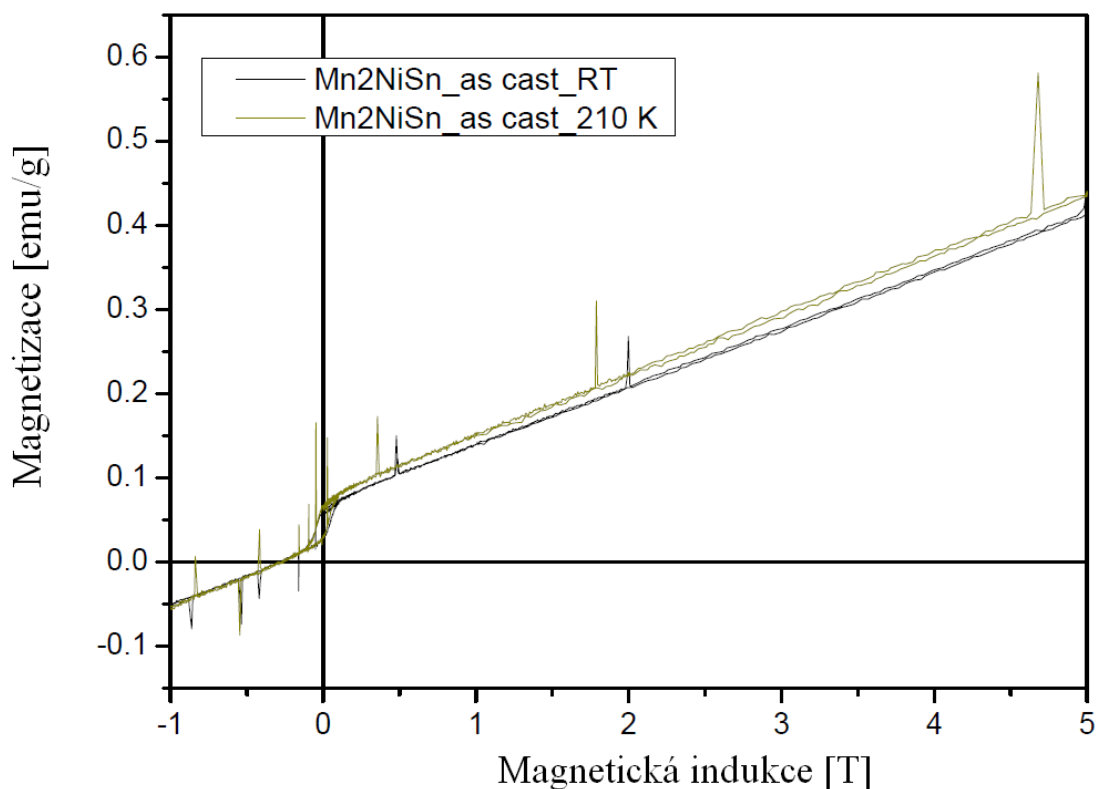
Obr. 46: Závislost reálné a imaginární složky permitivity na energii - NiFeSn.

4.7. Magnetometrické měření

Pomocí magnetometrie jsme schopni určit saturační hodnoty magnetizace vzorků. Na obrázcích 47 a 48 jsou vidět výsledky měření slitiny Mn_2NiSn . Označení RT na obrázcích znamená, že měření bylo prováděno při pokojové teplotě. Symbolem RQ (z ang. rapid quenching – rychlé chlazení) je označeno měření na páscích připravených z této slitiny a AN (annealed) značí, že se jedná o žíhané bulkové slitiny. Je vhodné dodat, že žíhání probíhalo při teplotě 900 °C po dobu 2 hodin. Na obrázku 47 můžeme pozorovat, že změřený pásek i žíhaná slitina měřená při několika teplotách jsou feromagnetické, avšak nežíhaná bulková slitina (označená as cast) při měřených obou teplotách feromagnetická není. Detail nežíhané slitiny je vidět na obrázku 48, přičemž hodnota její magnetizace dosahuje pouze tisíciny hodnoty magnetizace slitiny žíhané. Znamená to, že se jedná pravděpodobně o téměř kompenzovaný feromagnetismus nebo antiferomagnetismus. Je nutné dodat, že lineární oblasti na obrázku 48 odpovídají příspěvku paramagnetického držáku vzorku.



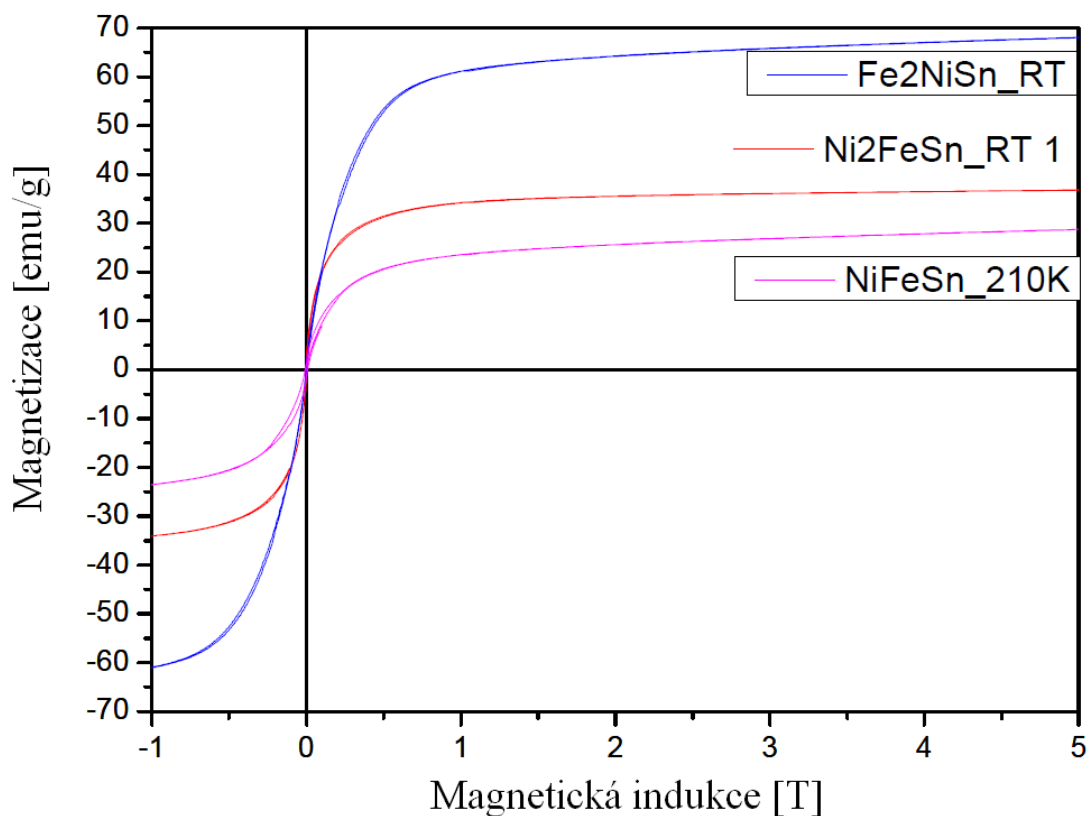
Obr. 47: Mn_2NiSn – magnetometrie.



Obr. 48: Nežíhaná bulková slitina Mn_2NiSn v detailu – magnetometrie.

U ostatních slitin byla také změřena závislost magnetizace na vnějším magnetickém poli, ale pouze na nežíhaných bulkových materiálech. Všechny tyto slitiny jsou feromagnetické a hodnoty magnetizace můžeme odečíst z obrázku 49. Pro slitinu $NiFeSn$ je magnetizace rovna 25 emu/g, přepočtením dostáváme hodnotu $0,35 \mu_B/\text{atom}$. Pro slitinu Ni_2FeSn je hodnota magnetizace 35 emu/g, neboli $0,46 \mu_B/\text{atom}$. Hodnota magnetizace slitiny Fe_2NiSn je 63 emu/g, po přepočtení $0,82 \mu_B/\text{atom}$.

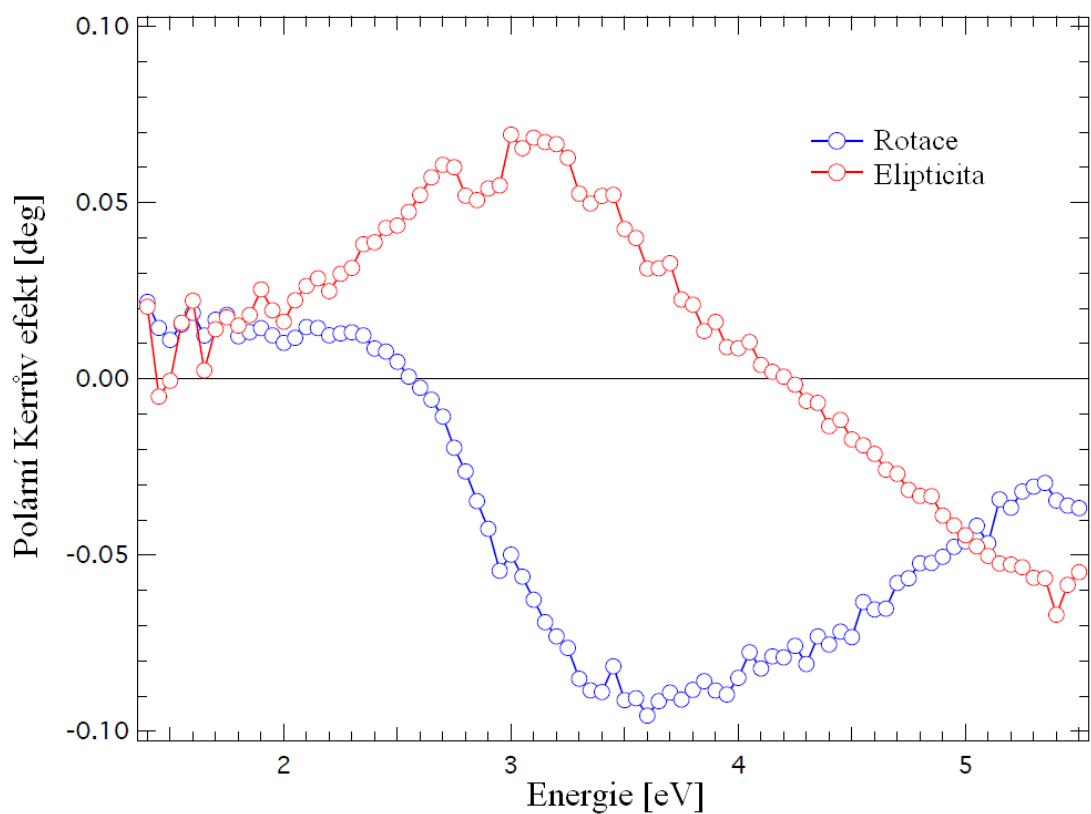
U slitiny Mn_2NiSn můžeme přepočíst hodnotu magnetizace 32,5 emu/g žíhané bulkové slitiny na hodnotu $0,42 \mu_B/\text{atom}$.



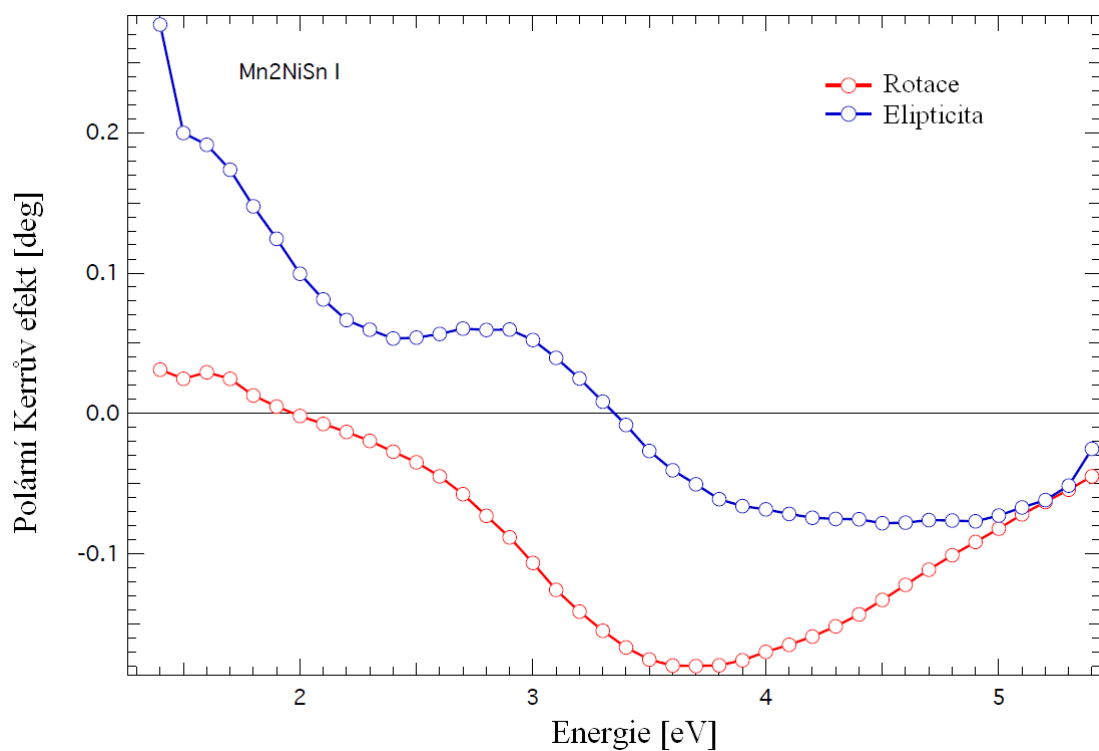
Obr. 49: Slitiny Ni_2FeSn , NiFeSn a Fe_2NiSn – magnetometrie.

4.8. Magneto-optická spektroskopie

Magneto-optické vlastnosti jsme sledovali u slitin Mn_2NiSn a NiFeSn . Spektra magneto-optického jevu jsme měřili v polárním uspořádání. Na obrázku 50 jsou znázorněny spektra Kerrovy rotace a elipticity měřené na nežíhané slitině Mn_2NiSn . Na obrázku 51 je pak změřena žíhaná slitina Mn_2NiSn . U rotace žíhané i nežíhané slitiny Mn_2NiSn při energii 3,6 eV je vidět velice podobný pík. Tento pík odpovídá příspěvku manganu, který tato slitina obsahuje a je charakteristický pro slitiny obsahující mangan.



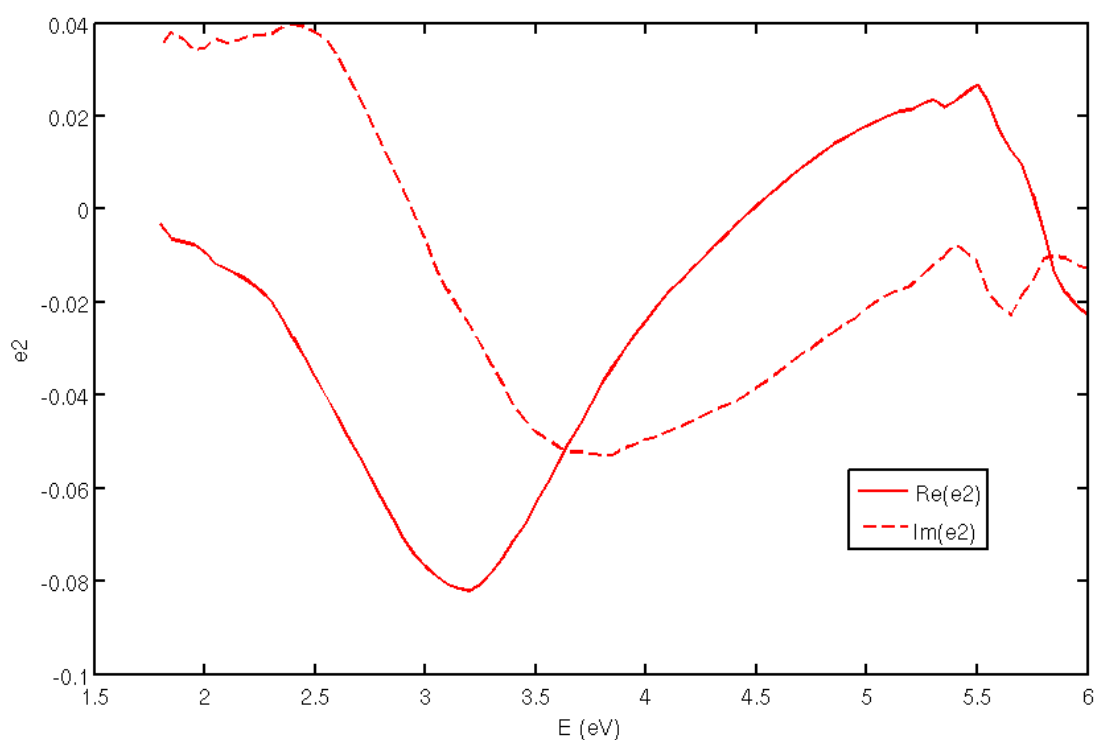
Obr. 50: Kerrova rotace a elipticita – nežíhaná slitina Mn_2NiSn .



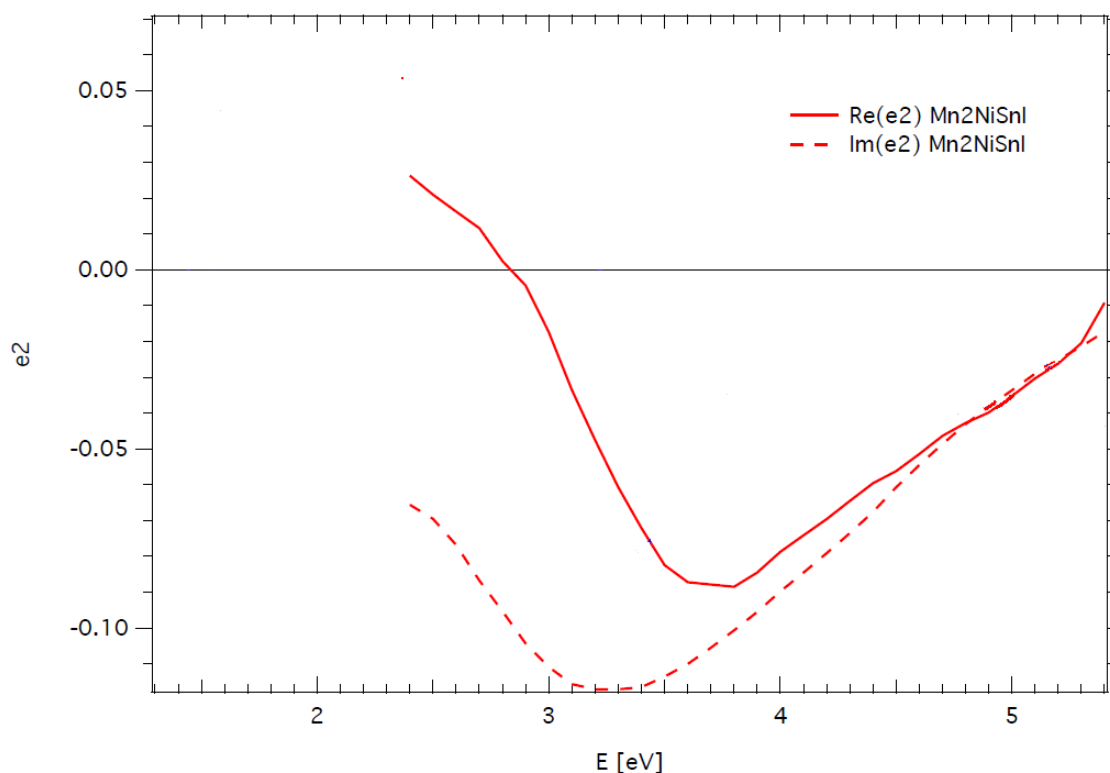
Obr. 51: Kerrova rotace a elipticita – žíhaná slitina Mn_2NiSn .

Obrázek 52 a 53 ukazuje přepočítané hodnoty mimodiagonálních členů permitivity materiálu z magneto-optických dat. Na obrázku 52 je znázorněna závislost permitivity na energii nežíhané slitiny a na obrázku 53 je znázorněna tatáž závislost, ale slitiny žíhané (označené symbolem I). V závislosti permitivity na energii jsou vyznačeny jak reálné ($\text{Re}(\epsilon_2)$), tak imaginární ($\text{Im}(\epsilon_2)$) složky permitivity.

Jak je vidět na obrázku 51, elipticita v infračervené oblasti neodpovídá skutečnosti a tento odklon byl pravděpodobně způsoben možným pohybem vzorku při měření. Od energie 2,3 eV je měření správné a proto se v obrázku 53 spočítala závislost permitivity na energii až od hodnoty energie 2,3 eV.

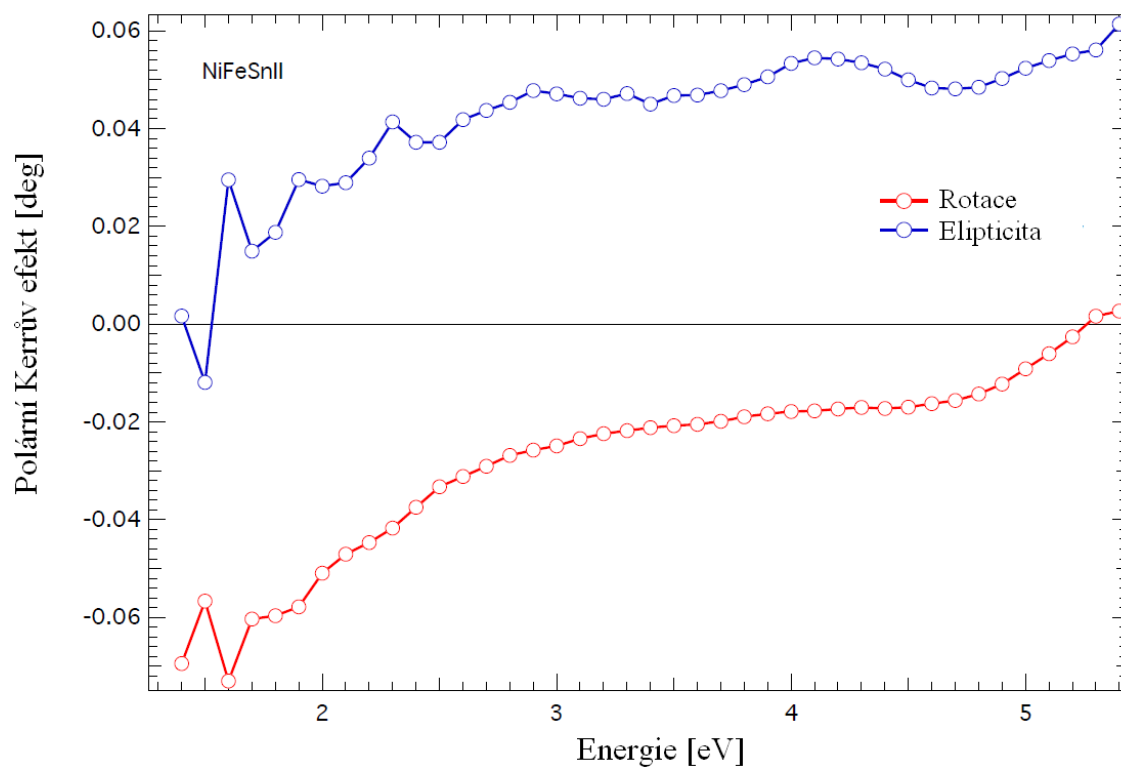


Obr. 52: Závislost permitivity na energii – nežíhaná slitina Mn_2NiSn .

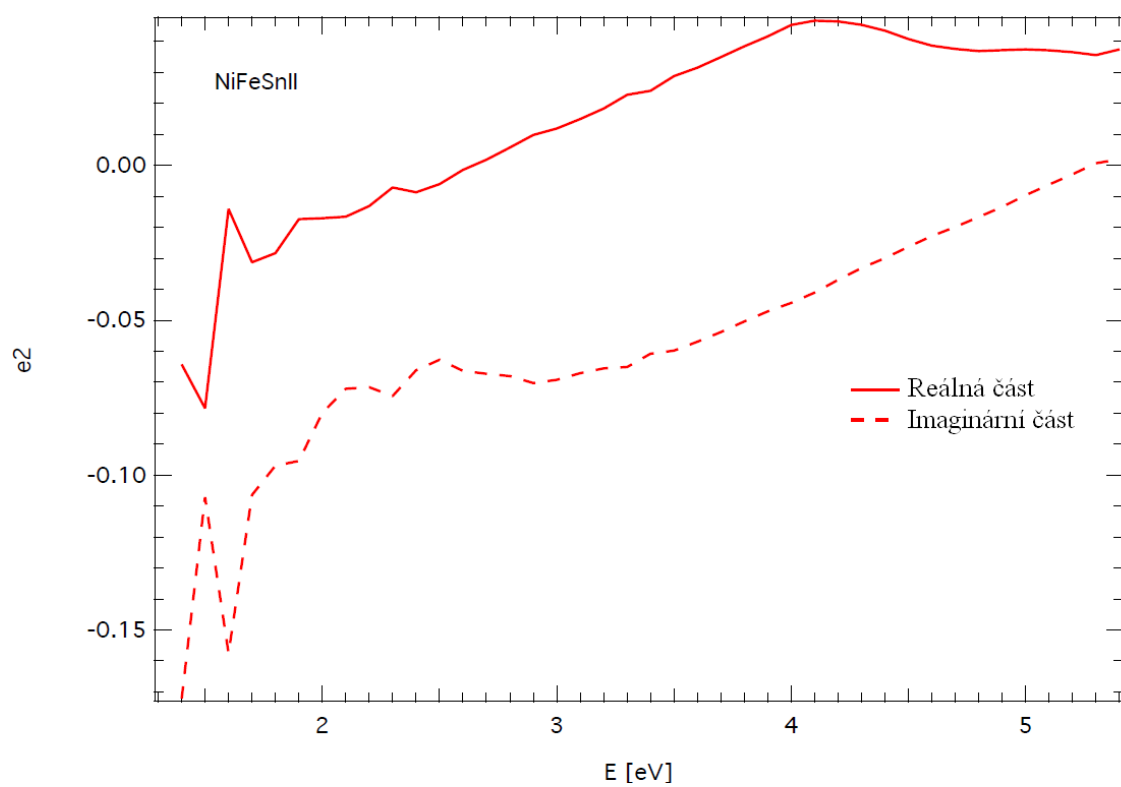


Obr. 53: Závislost permitivity na energii – žíhaná slitina Mn_2NiSn .

Magneto-optická data u slitiny $NiFeSn$ byla změřena na nežíhané slitině (viz. Obr. 54) a opět byla přepočítána na permitivitu materiálu. Závislost permitivity na energii můžeme vidět na obrázku 55.



Obr. 54: Kerrova rotace a elipcticita – nežíhaná slitina $NiFeSn$.



Obr. 55: Závislost permitivity na energii – nežlhaná slitina NiFeSn.

5. Závěr

Cílem této práce bylo připravit monofázové Heuslerovy slitiny na bázi Ni. Konkrétně slitiny Fe_2NiSn , Ni_2FeSn , NiFeSn a Mn_2NiSn . Tyto vzorky byly připraveny pomocí metody obloukové tavby. Poté byly mechanicky rozděleny, přičemž se jedna část se ponechala, z druhé se připravili pásy a zbylá část slitiny byla vyžhána. Pomocí optického a skenovacího elektronového mikroskopu jsme bohužel zjistili, že ani jedna tato slitina monofázová není. Nicméně u slitin NiFeSn a Mn_2NiSn převažovala vždy jedna fáze a proto jsme se rozhodli tyto slitiny dále vyhodnotit pomocí optických a magneto-optických metod. Ve slitinách Fe_2NiSn a Ni_2FeSn vznikly dvě fáze přibližně ve stejném objemovém zastoupení a tedy tyto slitiny nemělo smysl dále měřit pomocí optických a magneto-optických metod.

Pomocí rentgenové difrakční analýzy jsme se snažili určit krystalografickou strukturu těchto slitin včetně všech mřížkových parametrů, jako je vzdálenost jednotlivých atomů a úhel, který mezi sebou svírají. Zajímavým zjištěním u slitiny NiFeSn bylo, že krystalizuje v hexagonální mřížce.

Z magnetometrického měření jsme zjistili hodnoty magnetizace jednotlivých slitin. Velice nás překvapilo magnetometrické měření slitiny Mn_2NiSn . Hodnota magnetizace nežíhané slitiny byla přibližně tisíckrát menší, než hodnota magnetizace slitiny žíhané a pásku. Z toho jsme usoudili, že žíhaná slitina i připravené pásy byli feromagnetické, avšak slitina nežíhaná vykazovala pravděpodobně téměř kompenzovaný ferimagnetismus.

Abychom mohli zpracovat naměřená elipsometrická data, nejdříve jsme slitiny změřili pomocí mikroskopu atomárních sil. Konkrétně nás zajímala drsnost povrchu slitin. U obou slitin jsme elipsometrická data fitovali pomocí funkce spline se zadanou drsností povrchu 6 nm, získanou pomocí mikroskopie atomárních sil. Získali jsme spektra reálné i imaginární složky permitivity, které nám charakterizují optické vlastnosti materiálu, zejména jejich absorpci.

V poslední kapitole v experimentální části jsou uvedeny veškeré závislosti, které jsme získali pomocí magneto-optické spektroskopie. Měřili jsme vzorky NiFeSn a Mn₂NiSn a opět z naměřených hodnot jsme získali závislosti reálných i imaginárních složek permitivit na energii.

6. Seznam literatury

- [1] FELSER, Claudia. FECHER, H. Gerhard. *Spintronics: From Materials to Devices*. Springer, 2013. ISBN 978-90-481-3831-9.
- [2] GRAF, Tanja. FELSER, Claudia. PARKIN, S. P., Stuart. *Simple rules for the understanding of Heusler compounds*, Progress in Solid State Chemistry. Volume 39, Issue 1, May 2011, Pages 1-50. ISSN 0079-6786. Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0079678611000021>.
- [3] ŘÍČNÝ, Tomáš. RTG záření. *Rentgen Medikal*. Dostupné z: <http://rentgenmedikal.wbs.cz/RTG-zareni.html>
- [4] Vznik rentgenového záření. *Rentgenové záření*. Dostupné z: <http://www.cez.cz/edee/content/microsites/rtg/k21.htm>.
- [5] REICHL, Jaroslav. VŠETIČKA, Tomáš. Rentgenové záření. *Encyklopedie fyziky*. Copyright © 2006-2014. Dostupné z: <http://fyzika.jreichl.com/main.article/view/540-rentgenove-zareni>.
- [6] Historie Rentgenu. *Fyzika v moderním lékařství*. Dostupné z: <http://cz7asm.wz.cz/fyz/index.php?page=histrent>.
- [7] MÁSILKO, Jiří. Rentgenová difrakční analýza na práškových vzorcích. *Chempoint*. Dostupné z: <http://www.chempoint.cz/rentgenova-difracni-analyza-na-praskovych-vzorcich>.
- [8] *Difrakční analýza*. Dostupné z: <http://www.vscht.cz/lam/new/SpAnalPL-12.pdf>.
- [9] KUTLÁKOVÁ MAMULOVÁ, Kateřina, Mgr., Ph.D. *Krystalová struktura a rentgenová difrakce*. Učební text vytvořen v rámci projektu CZ.1.07/2.2.00/28.0273 „Zkvalitnění výuky muzejní konzervace a restaurování a průzkumu historických materiálů“.
- [10] AFM. *Mikroskop atomárních sil*. Dostupné z: http://ksm.fsv.cvut.cz/~nemecek/teaching/dmpo/predn3_AFM.pdf.

- [11] AFM mikroskop. Dostupné z: http://fyzika.fce.vutbr.cz/file/kusak/AFM_mikroskopie.pdf.
- [12] MATĚJKA, Vlastimil, doc., Ing., Ph.D. *Základní rozdělení technik SPM*. 2013.
- [13] Atomic Force Microscopy NEXT. *NT-MDT*. Dostupné z: <http://nt-mdt.com/automated-afm/atomic-force-microscope-next>.
- [14] *Elektronová mikroskopie*. Dostupné z: <http://vyuka.zmoravec.net/download/elektronova-mikroskopie.pdf>.
- [15] SCANNING ELECTRON MICROSCOPY. *HANDBOOK OF ANALYTICAL METHODS FOR MATERIALS*. Copyright © 2009 Materials Evaluation and Engineering, Inc. Dostupné z: <http://mee-inc.com/sem.html>.
- [16] ŠAFÁŘOVÁ, Klára. *SKENOVACÍ (RASTROVACÍ) ELEKTRONOVÁ MIKROSKOPIE*. Centrum pro výzkum nanomateriálů, Olomouc. Dostupné z: http://nanosystemy.upol.cz/upload/18/safarova_sem.pdf.
- [17] *Electron Microscopy: SEM and TEM*. Dostupné z: http://www.wsi.tum.de/Portals/0/Media/Lectures/20082/cb899e9b-2deb-4cb9-bfd5-344821c84fe9/electron_microscopy_forster.pdf.
- [18] HAFNER, Bob. *Scanning Electron Microscopy Primer*. 2007. Dostupné z: http://www.charfac.umn.edu/instruments/sem_primer.pdf.
- [19] TOMÁŠEK, Vladimír, doc., Ing. CSc. *Elektronová mikroskopie*. Učební materiál ve formě elektronické prezentace.
- [20] ČUDA, Jan. *Měření makroskopických magnetických veličin pomocí magnetometrů*. Centrum výzkumu nanomateriálů. Přírodovědecká fakulta, Univerzita Palackého Olomouc. 2010. Dostupné z: <http://nanosystemy.upol.cz/upload/10/cuda-mereni.pdf>.
- [21] JANDÍK, Aleš, Ing. *VSM rychlá a jednoduchá metoda měření magnetických vlastností*. 2013. Dostupné z: <http://www.lao.cz/lao-info-49/vsm-rychla-a-jednoducha-metoda-mereni-magnetickych-vlastnosti-230>.

- [22] HAWLOVÁ, Petra, Bc. *Fotostabilita amorfních chalkogenidů systému Ge-As-Se*. Diplomová práce. Olomouc. 2012. Dostupné z: <http://dspace.upce.cz/bitstream/10195/45931/3/DP%20%20Bc.%20Petra%20Hawlov%C3%A1.pdf>.
- [23] FUJIWARA, Hiroyuki. *SPECTROSCOPIC ELLIPSOMETRY: Principles and Applications*. John Wiley&Sons, Ltd. ISBN: 978-0-470-01608-4, 392 pages, January. 2007.
- [24] BOMBÁROVÁ, Katarína. *Výšetrovanie tenkých vrstiev SiO₂elipsometriou*. Bratislava. 2010. ISBN 978-80-89186-68-6. Dostupné z: http://www.fmph.uniba.sk/fileadmin/user_upload/editors/studium/svk/2010/EXP/101.pdf.
- [25] PLŠEK, Radek, Bc. *MĚŘENÍ VLASTNOSTÍ TENKÝCH VRSTEVMETODAMI ZOBRAZOVACÍ REFLEKTOMETRIE A KERROVA JEVU*. Diplomová práce. Brno. 2008. Dostupné z: https://www.vutbr.cz/www_base/zav_prace_soubor_verejne.php?file_id=5010.
- [26] HENDRYCH, Aleš, Ing., Mgr. *Magnetické vlastnosti nanokompozitních materiálů*. Dizertační práce. Olomouc. 2009. Dostupné z: http://theses.cz/id/jjag05/Dizertace_Hendrych.pdf.
- [27] Magneto-optic Kerr effect magnetometry and microscopy (MOKE). *Technische Universität KAISERSLAUTERN: AG Magnetismus Fachbereich Physik*. Dostupné z: <http://www.physik.uni-kl.de/hillebrands/research/methods/magneto-optic-kerr-effect-magnetometry-and-microscopy/>.
- [28] HAMRLE, Jaroslav, Ing., Ph.D. *Experimental methods and tools in nanotechnology II*. Výukový text. 2014.
- [29] FOLDYNA, Martin, Bc. *Modelování magneto-optických jevů v tenkých planárních strukturách*. VŠB-TU Ostrava. Diplomová práce. Ostrava. 2002. Dostupné z: http://www.fei.vsb.cz/export/sites/fei/k470/cs/theses/foldyna_ing.pdf.

- [30] PECH, Miroslav. *Charakterizace povrchu optických reflexních ploch*. Univerzita Palackého v Olomouci, 2012. Dostupné z: http://fyzika.upol.cz/system/files/slo/rcptm/texty/Pech-Charakterizace_povrchu_opt_ploch.pdf.
- [31] STENZEL, Olaf, Dr.habil. *The Physics of Thin Film Optical Spectra*. Springer. 2005. ISBN: 978-3-540-23147-9.
- [32] HALAGAČKA, Lukáš. *Spektroskopická elipsometrie a metoda efektivního prostředí*. VŠB-TU Ostrava, bakalářská práce, 2008. Dostupné z: <http://www.fei.vsb.cz/export/sites/fei/k470/cs/theses/bakalari/2008/pdfs/hal232.pdf>.
- [33] VODIČKOVÁ, Věra, RNDr., Ph.D. *Úvod do strukturní rentgenografie I - difrakce rtg záření na krystalu*. Dostupné z: https://moodle.fp.tul.cz/nano/pluginfile.php/337/mod_resource/content/4/MNI_%2011_rtg_1.pdf.